

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-191974

(43)Date of publication of application : 11.07.2000

(51)Int.CI.

C09D 17/00  
C09B 48/00  
C09B 67/20  
C09D 11/02

(21)Application number : 10-373119

(71)Applicant : DAINIPPON INK & CHEM INC

(22)Date of filing : 28.12.1998

(72)Inventor : SEKI YOSHIKATSU

YASUI KENGO  
TANAKA MASAO

## (54) AQUEOUS PIGMENT DISPERSION AND AQUEOUS PRINTING LIQUID

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To obtain an aqueous pigment dispersion suitable as an aqueous printing liquid for ink jet printing use of red or fuchsine color with excellent color rendering nature and transparency by essentially including a quinacridone-based pigment and a phthalimide methylated quinacridone-based compound.

**SOLUTION:** This aqueous pigment dispersion is obtained by incorporating 100 pts.wt. of a quinacridone-based pigment with  $\geq 3$  pts.wt. of a quinacridonesulfonic acid-based compound and  $\geq 3$  pts.wt. of phthalimide methylated quinacridone-based compound (both the above quinacridone-based compounds summing to 6–30 pts.wt., pref. 10–25 pts.wt.) and 25–200 pts.wt. of an anionic group-contg. polymeric compound having both carboxyl and carboxylate groups to effect coating the above pigment with the polymeric compound. The other objective aqueous printing liquid is prepared using this aqueous pigment dispersion.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 16.09.2004

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

\* NOTICES \*

JP0 and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

- 1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
- 2.\*\*\*\* shows the word which can not be translated.
- 3.In the drawings, any words are not translated.

---

## CLAIMS

---

### [Claim(s)]

[Claim 1] The watercolor pigment dispersing element characterized by containing the Quinacridone system pigment and a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound at least.

[Claim 2] The watercolor pigment dispersing element characterized by containing the Quinacridone system pigment, the Quinacridone sulfonic-acid system compound, and a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound at least.

[Claim 3] The watercolor pigment dispersing element characterized by containing the Quinacridone system pigment, the Quinacridone sulfonic-acid system compound, a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound, and an anionic radical content organic high molecular compound at least.

[Claim 4] The watercolor pigment dispersing element according to claim 2 to 3 whose amount of the Quinacridone sulfonic-acid system compound and the phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound used is more than 3 weight sections to the Quinacridone system pigment 100 weight section, respectively and whose sum of the amount of the Quinacridone sulfonic-acid system compound and the phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound used is 6 – 30 weight section.

[Claim 5] The watercolor pigment dispersing element according to claim 3 to 4 by which the pigment is covered with the anionic radical content organic high molecular compound.

[Claim 6] The watercolor pigment dispersing element according to claim 2 to 5 whose anionic radicals are a carboxyl group and a carboxylate radical.

[Claim 7] The watercolor pigment dispersing element according to claim 6 which is the cation chosen from the group which the counter ion of a carboxylate radical becomes from ammonium ion and alkali-metal ion.

[Claim 8] The watercolor pigment dispersing element according to claim 3 to 7 whose weight average molecular weight of an anionic radical content organic high molecular compound is 5,000–50,000.

[Claim 9] The watercolor pigment dispersing element according to claim 3 to 8 30 – 220 mgKOH/g and whose glass transition point the acid number of an anionic radical content organic high molecular compound is –20–60 degrees C.

[Claim 10] The watercolor pigment dispersing element according to claim 3 to 9 whose anionic radical content organic high molecular compound the ratio of a pigment and an anionic radical content organic high molecular compound is the 25 weight sections – 200 weight section to the pigment 100 weight section.

[Claim 11] Aquosity recording ink characterized by containing a watercolor pigment dispersing element according to claim 1 to 10.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIPI are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

#### [0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the aquosity recording ink which used the watercolor pigment dispersing element and this pigment dispersing element of red thru/or a Magenta color.

#### [0002]

[Description of the Prior Art] Conventionally, the color has been used for writing implements, such as a felt-tipped marker and an aquosity marker, and the ink of an ink jet printer as a color material. Although the recording ink using a color was excellent in tinting strength or clear nature, it had the problem in lightfastness, a water resisting property, etc.

[0003] On the other hand, when it can decrease extremely from whether aquosity system recording ink has any toxicity, such as danger of a fire like oily system recording ink, and mutation, it has the extremely excellent description.

[0004] In order to solve lightfastness and a waterproof problem, in the application field mentioned above, the changeover to a pigment from the color of color material is considered actively in recent years. In order to use a pigment as a color material in the field concerned, especially the field of the ink for ink jets, the dispersibility and distributed stability of very high level in the pigment dispersing element which is a \*\*-liquid two phase system are needed. As a means for attaining this advanced dispersibility and distributed stability, the microencapsulation pigment dispersing element which covered the pigment with the anionic radical content organic high molecular compound is indicated by JP,9-151342,A, and the Magenta colored water nature dispersing element which used the Quinacridone system pigment and dimethyl aminomethylation Quinacridone is indicated in the example.

#### [0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] However, it was not what can be satisfied with the above-mentioned official report of the Magenta colored water nature pigment dispersing element of a publication enough in the field of distributed level and distributed stability.

#### [0006]

[Means for Solving the Problem] The Magenta colored water nature pigment dispersing element characterized by containing the Quinacridone system pigment and a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound at least as a result of repeating examination wholeheartedly that this invention persons should solve the above-mentioned technical problem. At least especially The Quinacridone system pigment, the Quinacridone sulfonic-acid system compound, and a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound, And the watercolor pigment dispersing element characterized by containing an anionic radical content organic high molecular compound came to complete a header and this invention for satisfying these the demands of many.

#### [0007]

### [Embodiment of the Invention]

[0008] The watercolor pigment dispersing element of this invention is characterized by containing the Quinacridone system pigment and a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound at least.

[0009] As a Quinacridone system pigment used for this invention, each thing of well-known common use can use it. Specifically, it is a C.I. pigment. The dimethyl Quinacridone system pigment of red 122 grade, C.I. pigment Red 202, \*\* The dichloro Quinacridone system pigment of red 209 grade, C.I. pigment Mixture or the solid solution of at least two or more pigments chosen from non-permuted Quinacridone of violet 19 grade and these pigments etc. can be mentioned. Powder and a granularity or massive desiccation pigment are sufficient as a pigment, and a wet cake and a slurry are sufficient as it.

[0010] As a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound, the thing of well-known common use can use all too. This is compoundable according to a well-known approach by making non-permuted Quinacridone, dimethyl Quinacridone, dichloro Quinacridone, etc. a phthalimide, and formaldehyde (paraform) react in concentrated sulfuric acid.

[0011] As the number of average permutations of the phthalimidomethyl radical per molecule, about 0.5-2 pieces are desirable, and about 0.7-1.5 pieces are especially desirable. When there are too few permutations, the

effectiveness used together is hard to be discovered, and when many [ too ], a blot etc. may bring about lowering of the property as recording ink.

[0012] Although the watercolor pigment dispersing element of this invention should just contain both the Quinacridone system pigment and a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound, the Quinacridone system pigment usually serves as a principal component.

[0013] As amount of the phthalimidomethyl Quinacridone system compound used, it is desirable that the amount of the phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound used is in the range of 6 – 30 weight section especially more than 3 weight sections to the Quinacridone system pigment 100 weight section, and it is desirable that it is in the range of 10 – 25 weight section especially. When there is too little amount used, the effectiveness used together is hard to be discovered, and when many [ too ], adverse effects, such as change of a hue, lowering of saturation, and a blot at the time of record, may appear.

[0014] The watercolor pigment dispersing element of this invention may contain the Quinacridone system compound of different others from having described above, although only the Quinacridone system pigment and the phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound may be contained. There is a Quinacridone sulfonic-acid system compound as a suitable Quinacridone system compound in this case.

[0015] As a Quinacridone sulfonic-acid system compound, the thing of well-known common use can use all too. This For example, the Quinacridone sulfonic acids which can compound non-permuted Quinacridone, dimethyl Quinacridone, dichloro Quinacridone, etc. by making it react with concentrated sulfuric acid etc. by the well-known approach And metal salts, such as the sodium, aluminum, and calcium, and ammonium of those, Octadecyl ammonium, didodecyl ammonium, dimethyloctadecyl ammonium, If ammonium salt, such as dimethyl dioctadecyl ammonium and benzyl dimethyloctadecyl ammonium, is mentioned and the minus effectiveness, such as magnitude of a combined effect, migration, and bleeding, is taken into consideration especially Metal salts, such as aluminum of the Quinacridone sulfonic acid and calcium, are desirable, and especially this aluminum salt is desirable.

[0016] As the number of average permutations of the sulfone radical per molecule, about 0.5–2 pieces are desirable, and about 0.7–1.5 pieces are especially desirable. When there are too few permutations, the effectiveness used together is hard to be discovered, and when many [ too ], a blot etc. may bring about lowering of the property as recording ink.

[0017] As amount of the Quinacridone sulfonic-acid system compound used, it is desirable that the amount of the Quinacridone sulfonic-acid system compound used is in the range of 6 – 30 weight section especially more than 3 weight sections to the Quinacridone system pigment 100 weight section, and it is desirable that it is in the range of 10 – 25 weight section especially. When there is too little amount used, the effectiveness too used together is hard to be discovered, and when many [ too ], adverse effects, such as change of a hue, lowering of saturation, and a blot at the time of record, may appear.

[0018] As amount of [ in the case used of using both the Quinacridone sulfonic-acid system compound and a phthalimidomethyl Quinacridone system compound ], it is desirable that the sum of the amount of more than 3 weight sections, the Quinacridone sulfonic-acid system compound, and the phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound used has the amount of the Quinacridone sulfonic-acid system compound and the phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound used in the range of 6 – 30 weight section to the Quinacridone system pigment 100 weight section, respectively, and it is desirable that especially the sum of the amount used is in the range of 10 – 25 weight section. When there is too little amount used, the effectiveness used together is hard to be discovered, and when many [ too ], adverse effects, such as change of a hue, lowering of saturation, and a blot at the time of record, may appear.

[0019] Although the watercolor pigment dispersing element of this invention can manufacture the Quinacridone system pigment described above, for example by already distributing in an aquosity medium with desired additives, such as a dispersant, a self-dispersibility high molecular compound, or a base, using various well-known distributed equipments, when it is made to especially distribute with an anionic radical content organic high molecular compound, it can obtain the watercolor pigment dispersing element which was more excellent in distributed level and distributed stability.

[0020] It is still more desirable for said the phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound being covered similarly to be covered with this anionic radical content organic high molecular compound at least from the Quinacridone system pigment only coexisting [ in which it is contained in an aquosity dispersing element ] with the anionic radical content organic high molecular compound also in respect of said technical effectiveness especially. the optimal one -- both the Quinacridone system pigment a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound and the Quinacridone sulfonic-acid system compound -- although -- it is the case where it is covered with the anionic radical content organic high molecular compound.

[0021] The anionic radical content organic high molecular compound used by the watercolor pigment dispersing element of this invention Not the thing that will be limited especially if it has the anionic radical but a carboxyl group, Although the anionic radical content organic high molecular compound which is made to carry out

copolymerization of the anionic radical content monomer containing a sulfone radical, a phospho group, a thio carboxyl group, etc., these anionic radical content monomer, and the monomer of others which may be copolymerized, and is obtained is raised When a price etc. is taken into consideration in the ease of carrying out of acquisition of a raw material monomer, the anionic radical content organic high molecular compound containing a carboxyl group or a sulfone radical is desirable. Especially the anionic radical content organic high molecular compound that contains a carboxyl group at the point which can control widely the coexistence range of an electrical neutrality condition and an anion condition is desirable.

[0022] As an anionic radical content organic high molecular compound used by the watercolor pigment dispersing element of this invention, there is an organic high molecular compound which may have the bridge formation part and which has an anionic radical, for example.

[0023] There are an acrylic ester system polymer which has typically the anionic radical which has a bridge formation part, a methacrylic acid ester system polymer which has the anionic radical which has the acrylic ester system polymer bridge formation part which has the anionic radical which does not have a bridge formation part, and a methacrylic acid ester system polymer which has the anionic radical which does not have a bridge formation part. In this invention, both acrylic ester and methacrylic ester shall be included and it shall be called acrylic ester (meta). Moreover (meta), an acrylic ester system polymer means the polymer which used acrylic ester (meta) as the principal component, and carried out the polymerization.

[0024] The optimal anionic radical content organic high molecular compound is an anionic radical content organic high molecular compound with which an anionic radical contains both a carboxyl group and a carboxylate radical.

[0025] As an example of the monomer containing a carboxyl group, polybasic acid partial saturation ester, such as unsaturated-carboxylic-acid; succinic-acid vinyl, such as an acrylic acid, a methacrylic acid, a maleic acid, a fumaric acid, a crotonic acid, an itaconic acid, and 4-vinyl benzoic acid, a maleic-acid allyl compound, terephthalic-acid vinyl, and a trimellitic acid allyl compound, is mentioned. Moreover, as an example of the monomer containing a sulfonic group, sulfo styrene, such as sulfo carboxylic-acid partial saturation ester; styrene-4-sulfonic acids, such as unsaturated-carboxylic-acid sulfo permutation alkyls, such as acrylic-acid 2-sulfoethyl and methacrylic-acid 4-sulfophenyl, or aryl ester; sulfo succinic-acid vinyl, can be mentioned.

[0026] As an example of an anionic radical content monomer and the monomer of others which may be copolymerized A methyl acrylate, an ethyl acrylate, acrylic-acid n-propyl, acrylic-acid isopropyl, Acrylic-acid n-butyl, isobutyl acrylate, acrylic-acid t-butyl, 2-ethylhexyl acrylate, acrylic-acid n-octyl, acrylic-acid dodecyl, Acrylic-acid octadecyl, acrylic-acid cyclohexyl, acrylic-acid isobornyl, Acrylic-acid benzyl, an acrylic acid 2, 3-epoxy propyl, an acrylic acid 2, 3-epoxy butyl, An acrylic acid 2, 3-epoxycyclohexyl, acrylic-acid vinyl, a methyl methacrylate, Ethyl methacrylate, methacrylic-acid n-propyl, methacrylic-acid isopropyl, N-butyl methacrylate, methacrylic-acid isobutyl, t-butyl methacrylate, 2-ethylhexyl methacrylate, n-octyl methacrylate, methacrylic-acid dodecyl, Methacrylic-acid octadecyl, cyclohexyl methacrylate, methacrylic-acid isobornyl, Methacrylic-acid benzyl, a methacrylic acid 2, 3-epoxy propyl, a methacrylic acid 2, 3-epoxy butyl, A methacrylic acid 2, 3-epoxycyclohexyl, methacrylic-acid vinyl, Maleic-acid dimethyl, a diethyl maleate, dimethyl fumarate, diethyl fumarate, Itaconic-acid ethyl, itaconic-acid benzyl, acrylic-acid 2-hydroxyethyl, 2-hydroxypropyl acrylate, methacrylic-acid 2-hydroxyethyl, 2-hydroxypropyl methacrylate, acrylic-acid 2-aminoethyl, Acrylic-acid 2-aminopropyl, acrylic-acid 3-aminopropyl, acrylic-acid 2-(methylamino) ethyl, Acrylic-acid 2-(methylamino) propyl, acrylic-acid 2-(ethylamino) ethyl, Acrylic-acid 2-(ethylamino) propyl, acrylic-acid 2-(dimethylamino) ethyl, Unsaturated fatty acid ester, such as acrylic-acid 3-(dimethylamino) propyl; Acrylamide, N-methylacrylamide, N-ethyl acrylamide, N-propyl acrylamide, N-dimethyl acrylamide, N-diethyl acrylamide, N-dipropyl acrylamide, N-(2-aminoethyl) acrylamide, N-(2-aminopropyl) acrylamide, N-(3-aminopropyl) acrylamide, N-[2-(methylamino) ethyl] acrylamide, N-[2-(methylamino) propyl] acrylamide, N-[3-(methylamino) propyl] acrylamide, N-[2-(dimethylamino) ethyl] acrylamide, N-[2-(dimethylamino) propyl] acrylamide, N-[3-(dimethylamino) propyl] acrylamide, methacrylamide, N-methyl methacrylamide, N-ethyl methacrylamide, N-propyl methacrylamide, N-dimethyl methacrylamide, N-diethyl methacrylamide, N-dipropyl methacrylamide, N-(2-aminoethyl) methacrylamide, N-(2-aminopropyl) methacrylamide, N-(3-aminopropyl) methacrylamide, N-[2-(methylamino) ethyl] methacrylamide, N-[2-(methylamino) propyl] methacrylamide, N-[3-(methylamino) propyl] methacrylamide, N-[2-(dimethylamino) ethyl] methacrylamide, N-[2-(dimethylamino) propyl] methacrylamide, N-[3-(dimethylamino) propyl] methacrylamide, MAREAMIDO, N and N-dimethyl MAREAMIDO, FUMARAMIDO, N, and N-dimethyl FUMARAMIDO, The unsaturated fatty acid amides of \*\*; Acrylonitrile, a methacrylonitrile, The unsaturated nitrile of \*\*; Vinyl acetate, propionic-acid vinyl, butanoic acid vinyl, Hexanoic-acid vinyl, 2-ethylhexanoic acid vinyl, octadecanoic acid vinyl, Benzoic-acid vinyl, an acetic-acid allyl compound, a propionic-acid allyl compound, a hexanoic-acid allyl compound, Carboxylic-acid partial saturation ester, such as a decanoic-acid allyl compound; Ethyl vinyl ether, Partial saturation ether, such as butyl vinyl ether; Styrene, alpha methyl styrene, o-methyl styrene, m-methyl styrene, p-methyl styrene, p-t-butyl styrene, Styrene, such as 4-methoxy styrene and 4-chloro styrene; Ethylene, A propylene, 1-butene, 1-octene, a vinyl cyclohexane, 4-vinylcyclohexene, The unsaturated hydrocarbon of \*\*; A vinyl chloride, a vinylidene chloride, tetrafluoroethylene,

Partial saturation halogenated hydrocarbon, such as 3-chloro propylene; 4-vinylpyridine, Vinyl permutation heterocyclic compounds, such as N-vinylcarbazole and N-vinyl pyrrolidone; The carboxyl group in the above-mentioned instantiation monomer, The monomer and ethylene oxide containing the substituent which has active hydrogen, such as a hydroxyl group and an amino group, The resultant of epoxide, such as propylene oxide and SHIKIRO hexene oxide; The hydroxyl group in the above-mentioned instantiation monomer, The resultant of the monomer containing the substituent which has an amino group etc., and carboxylic acids, such as an acetic acid, a propionic acid, butanoic acid, a hexanoic acid, a decanoic acid, and dodecanoic acid, etc. can be mentioned.

[0027] This anionic radical content organic high molecular compound is compoundable by the various reaction approaches better known than the former, such as a bulk polymerization, solution polymerization, a suspension polymerization, and an emulsion polymerization.

[0028] the weight average molecular weight of the anionic radical content organic high molecular compound used for this invention is in the range of 2,000–100,000 -- \*\* -- it is desirable and especially the thing in the range of 5,000–50,000 is desirable. If weight average molecular weight is too small, the distributed stability of the watercolor pigment dispersing element itself will fall, and if too large, the viscosity of a dispersing element not only becomes high, but the inclination for dispersibility to fall will be accepted. Moreover, when weight average molecular weight was too small, or too large and it applies to for example, the ink for ink jet printers, an adverse effect is done about a printing property and it becomes difficult to make printing stabilized for a long period of time perform.

[0029] Moreover, as for the acid number and the glass transition point of the anionic radical content organic high molecular compound used for this invention, it is desirable respectively that it is in 30 – 220 mgKOH/g and the range of -20–60 degrees C. The printing stability at the time of the dispersibility and distributed stability of a watercolor pigment dispersing element falling, when the acid number is too low, and applying to the ink for ink jet printers worsens. When the acid number is too high, and it applies to the ink for ink jet printers, the water resisting property of an image falls. When a glass transition point is too high, it is hard to obtain stable printing, and in being too low, there is an inclination for image shelf lives, such as abrasion resistance and \*\*\*\*\*-proof, to fall.

[0030] As for the anionic radical content organic high molecular compound in the watercolor pigment dispersing element of this invention, it is desirable to have taken the gestalt with which a part of anionic radical [ at least ] was ionized by the alkali, after dispersibility and distributed stability being discovered. Although the optimal rate of the radical ionized among anionic radicals is not uniquely limited since it changes with the presentation of the anionic radical content organic high molecular compound to be used, molecular weight, the acid numbers, etc., it is [ that what is necessary is just the range where desired dispersibility and distributed stability are discovered ] usually desirable [ the rate ] to be especially set as 70 – 100% of range 30 to 100%. The rate of this ionized radical does not mean the mole ratio of an anionic radical and an alkali, and takes dissociation equilibrium into consideration. For example, when an anionic radical is a carboxyl group, even if it uses the strong base nature matter of amounts [ stoichiometric ], the percentage of the radical ionized by dissociation equilibrium is less than 100%, and is in the mixture condition of a carboxylate radical and a carboxyl group.

[0031] Thus, the compound chosen from the group to which the thing of well-known common use mentions, and which \*\*\* becomes from the organic amine (a basic nitrogen-containing heterocyclic compound is included) of ammonia, the first class, the second class, or the third class and hydroxylation alkali metal as an alkali used in order to ionize a part of anionic radical [ at least ] of an anionic radical content organic high molecular compound is mentioned suitably. By ionizing a part of anionic radical [ at least ] by these illustrated suitable alkalis, the counter ion of a carboxylate radical serves as a cation chosen from the group which consists of ammonium ion (the protonation cation of a basic nitrogen-containing heterocyclic compound is included), and alkali-metal ion.

[0032] In this invention, what contains the Quinacridone system pigment and a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound at least is only hereafter called pigment. Therefore, the thing containing the Quinacridone system pigment, the Quinacridone sulfonic-acid system compound, and a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound is also hereafter contained in the definition of this pigment.

[0033] The ratio of the pigment in the watercolor pigment dispersing element of this invention and an anionic radical content organic high molecular compound has the anionic radical content organic high molecular compound 25 – desirable 200 weight sections extent to the pigment 100 weight section. When the ratio of an anionic radical content organic high molecular compound is too low, the abrasion resistance at the time of using as aquosity recording ink falls, and when too high [ conversely ] and drainage system recording ink is adjusted, the inclination for viscosity to become high is accepted.

[0034] The watercolor pigment dispersing element of this invention can be manufactured according to a process including the process which distributes the mixture which consists of a pigment, an anionic radical content organic high molecular compound, an alkali, and water at least.

[0035] As an example of processes other than the distributed process which can be included in the manufacture process of the watercolor pigment dispersing element of this invention, a preliminary distribution process, a

dissolution process, a dilution process, a distillation process, a centrifugal separation process, a \*\*\*\* process, a filtration process, a re-distribution process, pH adjustment process, a restoration process, etc. are mentioned.

[0036] The resin and the pigment of a solution condition or a melting condition are mixed for the example of a preliminary distribution process, it distributes for it, and there is a process made into the solid state called the shape of a slurry, the shape of a paste, a masterbatch, or a chip in it. There is an organic solvent, a process which dissolves an anionic radical content organic solid-state-like high molecular compound into a water-soluble organic solvent or the aquosity medium containing an alkali, or a process which dissolves the water-soluble organic solvent solution of an anionic radical content organic high molecular compound into the aquosity medium containing an alkali in the example of a dissolution process preferably.

[0037] In this invention, the process which distributes the mixture which consists of a pigment, an anionic radical content organic high molecular compound, an alkali, and water is included as indispensable. It is desirable to include a water-soluble organic solvent in this mixture. It is desirable to include the process which more specifically distributes the mixture which consists of a pigment, an anionic radical content organic high molecular compound, an alkali, a water-soluble organic solvent, and water at least.

[0038] As an aquosity dispersing element of this invention, it is all the fields of distributed attainment level, a distributed duration, and distributed stability, and in demonstrating the more excellent property, it is desirable that the encapsulation pigment by which the pigment was covered with the anionic radical content organic high molecular compound distributes in an aquosity dispersing element. In order to form such a condition, it is desirable to incorporate the process which makes a pigment front face cover the anionic radical content organic high molecular compound which has a pigment in a dissolution condition as an after [ the above ] process in the condition of distributing in the liquid medium containing an anionic radical content organic high molecular compound.

[0039] As a process which makes a pigment front face cover the anionic radical content organic high molecular compound in a dissolution condition, the process which deposits the anionic radical content organic high molecular compound which is dissolving in the alkaline aquosity solution by acidifying a solution is desirable.

[0040] When an organic solvent is used in a distributed process, in order to make it the process and the desired solid content concentration which remove this, there is a process which removes excessive water in the example of a distillation process. There is a process which removes the big and rough particle in the dispersing element which has an adverse effect on the activity fitness as aquosity recording ink in the example of a centrifugal separation process.

[0041] Acids, such as a hydrochloric acid, a sulfuric acid, and an acetic acid, are added to the aquosity dispersing element obtained at the distributed process, it acidifies for the example of a \*\*\*\* process, and there is a process which deposits an anionic radical content organic high molecular compound on a pigment particle front face in it. This process raises the interaction of a pigment and an anionic radical content organic high molecular compound, and it can do. There is a process which filters solid content with a filter press, a nutsche type filter, pressure filtration equipment, etc. after a centrifugal separation process, the process which removes the big and rough particle in a dispersing element with a cartridge filter or a membrane filter similarly, and the \*\*\*\* process mentioned above in the example of a filtration process. There is a process which adds water and an additive to the solid content obtained according to the \*\*\*\* process and the filtration process according to an alkali and the need, and is again made into a dispersing element in the example of a re-distribution process. The counter ion of the anionic radical ionized in the anionic radical content organic high molecular compound by that cause can be changed from what was used at the distributed process.

[0042] A water-soluble organic solvent can be used together in a distributed process, and, thereby, the liquid viscosity in a distributed process may be reduced. As an example of a water-soluble organic solvent, amides, such as ether; dimethylformamides, such as alcohols; tetrahydrofurans [, such as ketones; methanols, such as an acetone, a methyl ethyl ketone, methyl butyl ketone, and methyl isobutyl ketone, ethanol 2-propanol, 2-methyl-1-propanol, 1-butanol, and 2-methoxyethanol, ], 1,4-dioxane, 1, and 2-dimethoxyethane, and N-methyl pyrrolidone, are mentioned. These water-soluble organic solvents may be used as an anionic radical content organic high-molecular-compound solution, and may be separately added into distributed mixture independently.

[0043] As distributed equipment which can be used in a distributed process, the equipment by well-known various methods can already be used. Although not limited especially, for example Steel, stainless steel, a zirconia, The method using the kinetic energy of a spherical dispersion-medium object with a diameter of about 0.1-10mm made with an alumina, silicon nitride, glass, etc.. Distributed methods, such as a method using the force generated with the pressure variation, passage change, or a collision of the distributed PD bundle supplied at the method using the shearing force by mechanical stirring and the high speed, can be taken.

[0044] In this invention, the anionic content organic high molecular compound which has a bridge formation part can be used as an anionic content organic high molecular compound as described above. However, in the application of the aquosity recording ink mentioned later, advanced distributed stability is required in many cases, bridge formation is made to complete beforehand, and it is desirable at the time of conveyance to make it

crosslinking reaction not occur at the time of a real activity (at the time of record) at the time of storage. [0045] When an anionic radical content organic high molecular compound contains a cross-linking radical in this invention, For example, an acrylic acid 2, 3-epoxy propyl, an acrylic acid 2, 3-epoxy butyl, An acrylic acid 2, 3-epoxycyclohexyl, a methacrylic acid 2, 3-epoxy propyl, In being a copolymer containing the monomer which consists or more [ of the unsaturated fatty acid which have epoxy groups, such as a methacrylic acid 2, 3-epoxy butyl, a methacrylic acid 2, and 3-epoxycyclohexyl, ] of at least one Ring opening reaction can be carried out and a bridge can be made to construct in the phase of the arbitration after a distributed process in an aquosity dispersing element manufacture process. Ring breakage reaction temperature has desirable about 80-140 degrees C. When too low, the reaction rate of reaction temperature is slow, in order that a reaction conclusion may take long duration to it, pigment particles weld it and it becomes easy to form floc. When reaction temperature is too high, the welding of pigment particles and growth of the pigment particle itself take place, and it is not desirable anyway. When reaction temperature becomes higher than the boiling point of a dispersing element, it is necessary to use an application-of-pressure reactor.

[0046] The recording ink of this invention mixes for example, a water-soluble organic solvent, water, etc. to the watercolor pigment dispersing element which contains the Quinacridone system pigment and a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound at least, and is prepared. A surfactant, water soluble resin, antiseptics, a viscosity controlling agent, pH regulator, a chelating agent, etc. can also be added if needed.

[0047] As an example of the water-soluble organic solvent which can be used for adjustment of recording ink A methanol, ethanol, 1-propanol, 2-propanol, 2-methyl-1-propanol, 1-butanol, 2-methoxyethanol, 2-butoxyethanol, 2-(2-methoxyethoxy) ethanol, 2-(2-butoxyethoxy) ethanol, Alcohols, such as 2-[2-(2-methoxyethoxy) ethoxy] ethanol and 2-[2-(2-butoxyethoxy) ethoxy] ethanol; 1,2-ethanediol, 1, 2-propanediol, 1, 2-butanediol, 2, 3-butanediol, A - oxy-screw ethanol, and 2 and 2 '2, 2'-ethylene dioxy screw (ethanol), Polyhydric alcohol, such as thiodiethanol, a glycerol, 1 and 2, and 6-hexane triol; Dimethylformamide, Amides, such as dimethylacetamide, an N-methyl-pyrrolidone, and 1,3-dimethyl-2-imidazolidinone; An acetone, Ketones, such as a methyl ethyl ketone, a methyl n-butyl ketone, and methyl isobutyl ketone; A tetrahydrofuran, 1,4-dioxane, 1, 2-dimethoxyethane, 1, 2-diethoxy ethane, Ether, such as a - ethylene dioxy screw (2-methoxyethane), and - oxy-screw (2-methoxyethane), and 2 and 2 '2, 2'-oxy-screw (2-ethoxy ethane), 2, and 2 '2, 2'-ethylene dioxy screw (2-methoxyethane), is mentioned. The content rate of the water-soluble organic solvent in recording ink has 50 or less desirable % of the weight, and 5 – 40% of the weight of especially its range is desirable.

[0048] As a surface active agent which may be added to the recording ink of this invention, anionic, cationicity, dipolar ion nature, and which a nonionic activator are sufficient.

[0049] As an example of an anionic surfactant, a sodium stearate, an oleic acid potassium, Fatty-acid salts, such as semi-hardening beef tallow fatty-acid sodium; Sodium dodecyl sulfate, Alkyl-sulfuric-acid ester salts, such as dodecyl sulfuric-acid Tori (2-hydroxyethyl) ammonium and an octadecyl sodium sulfate; Nonyl benzene sulfonic-acid sodium, Sodium dodecylbenzenesulfonate, octadecyl benzenesulfonic acid sodium, Benzenesulfonic acid salts, such as dodecyl diphenyl ether disulfon acid sodium; Dodecyl naphthalene sulfonic-acid sodium, Naphthalene sulfonates, such as a naphthalene sulfonic-acid formalin condensate; Sulfo succinic-acid didodecyl sodium, Sulfo succinate salts, such as sulfo succinic-acid dioctadecyl sodium; A polyoxyethylene dodecylether sodium sulfate, Polyoxyethylene dodecylether sulfuric-acid Tori (2-hydroxyethyl) ammonium, Polyoxyethylene sulfate salts, such as polyoxyethylene octadecyl ethereal sulfate sodium and a polyoxyethylene dodecyl phenyl ether sodium sulfate; phosphate, such as dodecyl potassium phosphate and octadecyl sodium phosphate, is mentioned.

[0050] As an example of a cationic surface active agent, quarternary ammonium salt, such as alkylamine salts; chlorination dodecyl trimethylammonium, such as acetic-acid octadecyl ammonium and palm oil amine acetate, chlorination octadecyl trimethylammonium, chlorination dioctadecyl dimethylannmonium, and chlorination dodecylbenzyl dimethylannmonium, is mentioned.

[0051] As an example of a dipolar ion nature activator, amine oxides, such as alkyl betaines; dodecyl dimethylamine oxide, such as a dodecyl betaine and an octadecyl betaine, are mentioned.

[0052] As an example of a nonionic surfactant, polyoxyethylene dodecylether, The polyoxyethylene hexadecyl ether, the polyoxyethylene octadecyl ether, Polyoxyethylene alkyl ether, such as the polyoxyethylene (9-octadecenyl) ether; Polyoxyethylene octyl phenyl ether, Polyoxyethylene phenyl ether, such as the polyoxyethylene nonylphenyl ether; Polyacid-ized ethylene, Oxirane polymers, such as a \*\*-\*\*\*\* ethylene oxide propylene oxide; Sorbitan dodecanoic acid ester, Sorbitan hexadecanoic acid ester, sorbitan octadecanoic acid ester, Sorbitan (9-octadecenoic acid) ester, sorbitan (9-octadecenoic acid) triester, Polyoxyethylene sorbitan dodecanoic acid ester, polyoxyethylene sorbitan hexadecanoic acid ester, Polyoxyethylene sorbitan octadecanoic acid ester, polyoxyethylene sorbitan octadecanoic acid triester, Polyoxyethylene sorbitan (9-octadecenoic acid) ester, sorbitan fatty acid ester [, such as polyoxyethylene sorbitan (9-octadecenoic acid) triester, ]; -- sorbitol fatty-acid-ester [, such as polyoxyethylene sorbitol (9-octadecenoic acid) tetra-ester, ]; -- glycerol octadecanoic acid ester -- Glycerine fatty acid esters, such as glycerol (9-octadecenoic acid) ester, are

mentioned. Especially 14 or more things have desirable HLB also in these nonionic activators.

[0053] As an example of the water soluble resin which may be added by the aquosity recording ink of this invention, glue, gelatin, casein, albumin, gum arabic, fish GURYU, an alginic acid, methyl cellulose, a carboxymethyl cellulose, hydroxyethyl cellulose, polyacid-ized ethylene, polyvinyl alcohol, polyacrylamide, polyacrylic acid, polyvinyl ether, a polyvinyl pyrrolidone, a styrene-maleic-acid copolymer, a styrene-acrylic-acid copolymer, an acrylic ester-acrylic-acid copolymer, etc. are mentioned.

[0054] Water soluble resin is the object which mentions fixable, and quick-drying [ viscosity accommodation and quick-drying ], the content rate of the water soluble resin in the recording ink in the case of being used if needed and using it for recording ink has 0 – 30 desirable % of the weight, and especially its 0 – 20 % of the weight is desirable.

[0055] The aquosity recording ink of this invention can be suitably used as ink of stationery, such as a felt-tipped marker and a marker, and a various printers and plotters, can be divided and can be suitably used as ink for ink jets taking advantage of the outstanding dispersibility and distributed stability.

[0056] This invention includes the concrete operation gestalt as follows.

1. Watercolor pigment dispersing element characterized by containing Quinacridone system pigment and phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound at least.

[0057] 2. Watercolor pigment dispersing element characterized by containing Quinacridone system pigment, Quinacridone sulfonic-acid system compound, and phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound at least.

[0058] 3. Watercolor pigment dispersing element characterized by containing Quinacridone system pigment, Quinacridone sulfonic-acid system compound, phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound, and anionic radical content organic high molecular compound at least.

[0059] 4. Watercolor pigment dispersing element of two to 3 above-mentioned publication whose amount of Quinacridone sulfonic-acid system compound and the phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound used is more than 3 weight sections to the Quinacridone system pigment 100 weight section, respectively and whose sum of amount of Quinacridone sulfonic-acid system compound and the phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound used is 6 – 30 weight section.

[0060] 5. Watercolor pigment dispersing element of three to 4 above-mentioned publication by which pigment is covered with anionic radical content organic high molecular compound.

[0061] 6. Watercolor pigment dispersing element of two to 5 above-mentioned publication whose anionic radicals are carboxyl group and carboxylate radical.

[0062] 7. Watercolor pigment dispersing element of six above-mentioned publication which is cation chosen from group which counter ion of carboxylate radical becomes from ammonium ion and alkali-metal ion.

[0063] 8. Watercolor pigment dispersing element of three to 7 above-mentioned publication whose weight average molecular weight of anionic radical content organic high molecular compound is 5,000–50,000.

[0064] 9. Watercolor pigment dispersing element of three to 8 above-mentioned publication 30 – 220 mgKOH/g and whose glass transition point the acid number of anionic radical content organic high molecular compound is – 20–60 degrees C.

[0065] 10. The watercolor pigment dispersing element of the three to 9 above-mentioned publication whose anionic radical content organic high molecular compound the ratio of a pigment and an anionic radical content organic high molecular compound is the 25 weight sections – 200 weight section to the pigment 100 weight section.

[0066] Aquosity recording ink characterized by containing the watercolor pigment dispersing element of the one to 10 above-mentioned publication.

[0067]

[Example] Hereafter, this invention is further explained to a detail using an example and the example of a comparison. In the following examples and examples of a comparison, the "weight section" and "% of the weight" are expressed the "section" and "%."

[0068] <The synthetic example 1> (composition of the anionic radical content organic high molecular compound A-1)

The nitrogen purge of the inside of a reaction container was carried out teaching and stirring the methyl-ethyl-ketone 500 section in the reaction container of the automatic polymerization reaction equipment (a polymerization testing-machine DSL-2AS mold, product made from \*\*\*\*\*) which has stirring equipment, dropping equipment, a thermo sensor, and the reaction container that attached in the upper part the rotary flow equipment which has nitrogen installation equipment. After carrying out temperature up to 75 degrees C, maintaining the inside of a reaction container at nitrogen-gas-atmosphere mind, the mixed liquor of the n-butyl methacrylate 315.0 section, the acrylic-acid n-butyl 25.0 section, the methacrylic-acid 2-hydroxyethyl 75.0 section, the acrylic-acid 85.0 section, and the "par butyl O" (active principle peroxy 2-ethylhexanoic acid t-butyl, Nippon Oil & Fats Co., Ltd. make) 40.0 section was dropped over 2 hours from dropping equipment. After

dropping termination, the reaction was made to continue at this temperature further for 15 hours, and the anionic radical content organic high-molecular-compound solution of the acid number 132, the glass transition temperature (calculated value) of 29 degrees C, and weight average molecular weight 21,000 was obtained. Reduced pressure distilling off of a part of methyl ethyl ketone was carried out after reaction termination, and the nonvolatile matter of a resin solution was adjusted to 50%.

[0069] Also in the following synthetic examples, reduced pressure distilling off or addition of a solvent adjusted the nonvolatile matter of a resin solution to 50%.

[0070] <The synthetic example 2> (composition of the anionic radical content organic high molecular compound A-2)

The anionic radical content organic high-molecular-compound solution of the acid number 130, the glass transition temperature (calculated value) of 54 degrees C, and weight average molecular weight 22,500 was obtained like the synthetic example 1 except having changed the monomer presentation into the n-butyl methacrylate 202.6 section, the butyl acrylate 22.8 section, the methacrylic-acid 2-hydroxyethyl 75.0 section, the methacrylic-acid 100.0 section, and the styrene 99.6 section.

[0071] <The synthetic example 3> (composition of the anionic radical content organic high molecular compound A-3)

The anionic radical content organic high-molecular-compound solution of the acid number 110, the glass transition temperature (calculated value) of 30 degrees C, and weight average molecular weight 26,300 was obtained like the synthetic example 1 except having changed the methyl-ethyl-ketone 500 section into the 600 sections, and having changed the monomer presentation into the n-butyl methacrylate 101.2 section, the butyl acrylate 114.4 section, the methacrylic-acid 2-hydroxyethyl 75.0 section, the methacrylic-acid 84.4 section, the styrene 100.0 section, a methacrylic acid 2, and the 3-epoxy propyl 25.0 section.

[0072] To the mixing chamber equipped with the jacket for <example 1> cooling, as a pigment, the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 842 section, 3, the 10-dichloro Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 1.3:B-1) 105 section, the phthalimidomethyl-izing -3, and the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl the base 1.4 C-1) 53 section, The solution 1,000 section of the anionic radical content organic high molecular compound A-2 obtained in the synthetic example 2, the 20% sodium-hydroxide water-solution 200 section, and the water 2,800 section were taught, and it stirred and mixed. Through and a circuit system (method which returns the dispersion liquid which came out from distributed equipment to a mixing chamber) distributed mixed liquor for 2 hours to the distributed equipment (SC mill SC100/32 molds, Mitsui Mining Co., Ltd. make) filled up with zirconia beads with a diameter of 0.3mm. The engine speed of distributed equipment is made into 2,700 revolutions per minute, and dispersion-liquid temperature was maintained at the jacket for cooling by 40 degrees C or less through chilled water.

[0073] The distributed undiluted solution was drained and taken from the mixing chamber after distributed termination, subsequently a mixing chamber and distributed equipment passage were washed in the water 10,000 section, and dilution dispersion liquid were obtained together with the distributed undiluted solution.

[0074] Dilution dispersion liquid were put into the glass distillation apparatus, and the whole quantity of a methyl ethyl ketone and some water were distilled off. After Despa (TK gay DISUPA20 mold, product made from special opportunity-ized Industry) distributed after radiationnal cooling to the room temperature and the centrifugal separation machine (50A-IV molds, Sakuma Factory) removed the big and rough particle further, the nonvolatile matter was adjusted and the watercolor pigment dispersing element of 20% of nonvolatile matters was obtained.

[0075] Dilution dispersion liquid were obtained like the <example 2> example 1. After dropping the hydrochloric acid 10% and adjusting to pH3.5, stirring to dilution dispersion liquid, solid content was filtered and rinsed with the nutsche type filter. After taking the cake in the container and adding the potassium-hydroxide water-solution 300 section 20%, Despa (TK gay DISUPA20 mold, product made from special opportunity-ized Industry) distributed, water was added further, the nonvolatile matter was adjusted, and the watercolor pigment dispersing element of 20% of nonvolatile matters was obtained.

[0076] The watercolor pigment dispersing element was obtained like the example 2 except having used the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 842 section, 3, and 10-dichloro Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 1.3:B-1) 53 section and the phthalimidomethyl-izing -3, and the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl base 1.4:C-1) 105 section as a <example 3> pigment.

[0077] The Magenta colored water nature pigment dispersing element was obtained like the example 2 except having used the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 894 section, 3, and 10-dichloro Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 1.3:B-1) 53 section and the phthalimidomethyl-izing -3, and the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl base 1.4:C-1) 53 section as a <example 4> pigment.

[0078] The Magenta colored water nature pigment dispersing element was obtained like the example 2 except having used the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 844

section, 3, the 10-dichloro Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 1.3:B-1) 78 section and the phthalimidomethyl-izing -3, and the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl base 1.4:C-1) 78 section as a <example 5> pigment.

[0079] The Magenta colored water nature pigment dispersing element was obtained like the example 2 except having used the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 790 section, 3, the 10-dichloro Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 1.3:B-1) 105 section and the phthalimidomethyl-izing -3, and the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl base 1.4:C-1) 105 section as a <example 6> pigment.

[0080] The Magenta colored water nature pigment dispersing element was obtained like the example 2 except having used the first gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 947 section, the dimethyl aminomethylation -2, and the 9-dimethyl Quinacridone 53 section as a <example 1 of comparison> pigment.

[0081] The Magenta colored water nature pigment dispersing element was obtained like the example 2 except having used the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 895 section and 3, and the 10-dichloro Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 1.3:B-1) 105 section as a <example 2 of comparison> pigment.

[0082] As a <example 7> anionic radical content organic high molecular compound, the watercolor pigment dispersing element of 20% of nonvolatile matters was obtained like the example 2 except having changed the sodium-hydroxide water-solution 200 section into the triethylamine 110 section 20%, using the solution 1,000 section of the anionic radical content organic high molecular compound A-1 obtained in the synthetic example 1.

[0083] as a <example 8> pigment -- the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 811 section, 3, the 10-dichloro Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 0.8:B-2) 126 section, the phthalimidomethyl-izing -3, and \*\*\*\* for the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl base 0.7:C-2) 63 sections -- things -- except obtained the Magenta colored water nature pigment dispersing element like the example 2.

[0084] as a <example 9> pigment -- the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 851 section, the Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 1.1:B-3) 96 section, the phthalimidomethyl-izing -3, and \*\*\*\* for the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl base 1.0:C-3) 53 sections -- things -- except obtained the Magenta colored water nature pigment dispersing element like the example 2.

[0085] as a <example 10> pigment -- the fast gene super Magenta HS(C. I. pigment red 202, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 830 section, the Quinacridone sulfonic-acid calcium salt (average sulfone base 1.1:B-4) 105 section, the phthalimidomethyl-izing -3, and \*\*\*\* for the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl base 1.0:C-3) 65 sections -- things -- except obtained the Magenta colored water nature pigment dispersing element like the example 2.

[0086] as a <example 11> pigment -- the fast gene super Magenta HS(C. I. pigment red 202, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 830 section, the Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 1.1:B-3) 105 section, and \*\*\*\* for the phthalimidomethyl-ized Quinacridone (average phthalimidomethyl base 1.0:C-4) 65 sections -- things -- except obtained the Magenta colored water nature pigment dispersing element like the example 2.

[0087] as a <example 12> pigment -- fast gene super Magenta RY (C. -- the solid solution of the I. pigment red 122 and the C.I. pigment violet 19 --) The 842 by Dainippon Ink & Chemicals, Inc. section, 3, the 10-dichloro Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 0.8:B-2) 105 section, the phthalimidomethyl-izing -3 and \*\*\*\* for the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl base 0.7:B-2) 53 sections -- things -- except obtained the Magenta colored water nature pigment dispersing element like the example 2.

[0088] To the mixing chamber equipped with the jacket for <example 13> cooling, as a pigment, the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 842 section, 3, the 10-dichloro Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 1.3:B-1) 105 section, The phthalimidomethyl-izing -3 and the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl base 1.4:C-1) 53 section, The anionic radical content organic high-molecular-compound A-3 solution 1,000 section obtained in the synthetic example 3, the 20% potassium-hydroxide-solution 300 section, and the water 2,800 section were taught, and it stirred and mixed. Through and a circuit system distributed mixed liquor for 6 hours to the distributed equipment (dry SUMIRU SF-12 mold, product made from dry SUBERUKE) filled up with zirconia beads with a diameter of 0.3mm. The engine speed of distributed equipment is made into 900 revolutions per minute, and dispersion-liquid temperature was maintained at the jacket for cooling by 30 degrees C or less through chilled water.

[0089] The distributed undiluted solution was drained and taken from the mixing chamber after distributed termination, subsequently a mixing chamber and distributed equipment passage were washed in the water 10,000 section, and dilution dispersion liquid were obtained together with the distributed undiluted solution.

[0090] It heated at 120 degrees C for 2 hours, stirring, after putting in and sealing dilution dispersion liquid to an application-of-pressure reactor, and crosslinking reaction was made to perform. Reaction mixture was put into the glass distillation apparatus after radiationnal cooling, and the whole quantity of a methyl ethyl ketone and some water were distilled off.

[0091] After dropping the hydrochloric acid 10% and adjusting to pH3.5, stirring to dispersion liquid after radiationnal cooling to a room temperature, solid content was filtered and rinsed with the nutsche type filter.

[0092] After having taken the cake in the container, and adding the potassium-hydroxide water-solution 300 section 20%, Despa's (TK gay DISUPA20 mold's, product's made from special opportunity-ized Industry) distributing and a centrifugal separation machine's (50A-IV molds', Sakuma Factory's) removing a big and rough particle further, the nonvolatile matter was adjusted and the Magenta colored water nature pigment dispersing element of 20% of nonvolatile matters was obtained.

[0093] To the mixing chamber equipped with the jacket for <example 14> cooling, as a pigment, the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 842 section, 3, the 10-dichloro Quinacridone sulfonic-acid aluminum salt (average sulfone base 1.3:B-1) 105 section, the phthalimidomethyl-izing -3, and the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl the base 1.4 C-1) 53 section, The emulgen 147 (polyoxyethylene dodecylether, Kao Corp. make) 500 section, the 20% sodium-hydroxide water-solution 200 section, and the water 3,300 section were taught, and it stirred and mixed. Through and a circuit system (method which returns the dispersion liquid which came out from distributed equipment to a mixing chamber) distributed mixed liquor for 2 hours to the distributed equipment (SC mill SC100/32 molds, Mitsui Mining Co., Ltd. make) filled up with zirconia beads with a diameter of 0.3mm. The engine speed of distributed equipment is made into 2,700 revolutions per minute, and dispersion-liquid temperature was maintained at the jacket for cooling by 40 degrees C or less through chilled water.

[0094] The distributed undiluted solution was drained and taken from the mixing chamber after distributed termination, subsequently a mixing chamber and distributed equipment passage were washed in the water 10,000 section, and dilution dispersion liquid were obtained together with the distributed undiluted solution.

[0095] Dilution dispersion liquid were put into glass vacuum distillation equipment, and the whole quantity of a methyl ethyl ketone and some water were distilled off under reduced pressure of 10kPa. After Despa (TK gay DISUPA20 mold, product made from special opportunity-ized Industry) distributed after radiationnal cooling to the room temperature and the centrifugal separation machine (50A-IV molds, Sakuma Factory) removed the big and rough particle further, the nonvolatile matter was adjusted and the watercolor pigment dispersing element of 20% of nonvolatile matters was obtained.

[0096] The Magenta colored water nature pigment dispersing element was obtained like the example 2 except having used the fast gene super Magenta RTS(C. I. pigment red 122, Dainippon Ink & Chemicals, Inc. make) 895 section and the phthalimidomethyl-izing -3, and the 10-dichloro Quinacridone (average phthalimidomethyl base 1.4:C-1) 105 section as a <example 15> pigment.

[0097] It referred to the example 1 given in <example 16> (piezo method ink jet printer service water fitness assessment of sex recording ink) JP,7-228808,A, and the ink for piezo method ink jet printers was adjusted. An ink presentation is shown below.

[0098] Watercolor pigment dispersing element 25 section triethylene glycol monobutyl ether 10 section diethylene glycol 15 section SAFI Norian 465 (air products company make) 0.8 \*\*\* The 49.2 sections [0099] Thus, about the prepared ink, mean particle diameter and viscosity were measured after storage for 30 days just behind adjustment and in the 50-degree C thermostat. Mean particle diameter was made into mean particle diameter with the diameter of a median measured by laser-doppler type grading-analysis meter micro truck (UPA150 mold, the Leeds & North rope company make). Viscosity was measured at 20 degrees C using the R form viscometer (R-500 mold, product made from East Machine Industry). Moreover, using the ink after storage, the ink jet printer (a MJ-8000C mold, Seiko Epson make) of a piezo method performed continuation printing of 50 sheets, and the printing engine performance was evaluated. A result is shown in a table 1.

[0100]

顔料分散体	顔料	顔料誘導体		樹脂
		QSA %	PMQ %	
実施例 1	RTS	B-1 10.5	C-1 5.3	A-2
実施例 2	"	B-1 10.5	C-1 5.3	"
実施例 3	"	B-1 5.3	C-1 10.5	"
実施例 4	"	B-1 5.3	C-1 5.3	"
実施例 5	"	B-1 7.8	C-1 7.8	"
実施例 6	"	B-1 10.5	C-1 10.5	"
比較例 1	"	0	DMAMQ5.3	"
比較例 2	"	B-1 10.5	0	"
実施例 15	"	0	C-1 10.5	"
実施例 7	"	B-1 10.5	C-1 5.3	A-1
実施例 8	"	B-2 12.6	C-2 6.3	A-2
実施例 9	"	B-3 9.6	C-3 5.3	"
実施例 10	HS	B-4 10.5	C-3 6.5	"
実施例 11	"	B-3 10.5	C-4 6.5	"
実施例 12	RY	B-2 10.5	C-2 5.3	"
実施例 13	RTS	B-1 10.5	C-1 5.3	A-3
実施例 14	"	B-1 10.5	C-1 5.3	147

[A table 1] A table 1

[0101]

[A table 2] Table 1 (continuation)

調整直後		50℃、30 分		印字性
粒径 nm	粘度 mPa·s	粒径 nm	粘度 mPa·s	
136	3.28	135	2.92	○
137	3.19	134	2.88	○
128	3.26	128	2.88	○
138	3.32	144	3.16	○
136	3.36	141	3.04	○
142	3.38	138	3.00	○
141	3.10	515	5.13	×
136	3.40	286	3.96	×
137	3.24	224	3.87	△
124	3.05	137	3.12	○
140	3.24	139	2.90	○
138	3.21	135	2.98	○
137	3.18	144	3.03	○
132	3.11	134	3.06	○
126	3.22	122	2.87	○
123	3.17	125	2.99	○
136	3.54	243	3.85	△

[0102]

&lt;Note&gt; Pigment derivative QSA : [ Quinacridone sulfonic-acid system compound ] PMQ : A phthalimidomethyl-

ized Quinacridone system compound DMAMQ : Dimethyl aminomethylation Quinacridone Resin 147 : Emulgen 147 printing nature O:50 or more sheet printing is possible. \*\*: A blur etc. occurs less than [ more than 10 sheet 50 sheet ]. A blur etc. is generating [0103] less than [ x:10 sheet ]. In addition, although the Magenta colored water nature pigment dispersing element was obtained like the example 1 of a comparison except having used the dimethyl aminomethylation -2 and the 9-dimethyl Quinacridone (DMAMQ) 105 section (content conversion in a table; 10.5%), each of each properties of particle size and viscosity 30 days immediately after preparation and after 50 degree-Cx and printing nature of this dispersing element was substantially [ as the result of this example 1 of a comparison ] the same.

[0104] <Example 17> (thermal method ink jet printer service water fitness assessment of sex recording ink) It referred to the example 2 given in a JP,6-122846,A official report, and the ink for thermal method ink jet printers was adjusted. An ink presentation is shown below.

[0105]

Watercolor pigment dispersing element 25 section glycerol 8 section ethylene glycol 5 section ethanol 5 section emulgen 120 (Kao Corp. make) 0.05 \*\*\*\* The 57 sections [0106] Thus, about the prepared ink, mean particle diameter and viscosity were measured after storage for 30 days just behind adjustment and in the 50-degree C thermostat. Mean particle diameter was made into mean particle diameter with the diameter of a median measured by laser-doppler type grading-analysis meter micro truck (UPA150 mold, the Leeds & North rope company make). Viscosity was measured at 20 degrees C using the R form viscometer (R-500 mold, product made from East Machine Industry). Moreover, the ink jet printer (BJC-600J mold, Canon, Inc. make) of a thermal method performed continuation printing of 100 sheets, and the printing engine performance was evaluated. A result is shown in a table 2.

[0107]

顔料 分散体	顔料	QSA %	PMQ %	樹脂
実施例 1	RTS	B-1 10.5	C-1 5.3	A-2
実施例 2	"	B-1 10.5	C-1 5.3	"
実施例 3	"	B-1 5.3	C-1 10.5	"
実施例 4	"	B-1 5.3	C-1 5.3	"
実施例 5	"	B-1 7.8	C-1 7.8	"
実施例 6	"	B-1 10.5	C-1 10.5	"
比較例 1	"	0	DMAMQ 5.3	"
比較例 2	"	B-1 10.5	0	"
実施例 15	"	0	C-1 10.5	"
実施例 7	"	B-1 10.5	C-1 5.3	A-1
実施例 8	"	B-2 12.6	C-2 6.3	A-2
実施例 9	"	B-3 9.6	C-3 5.3	"
実施例 10	HS	B-4 10.5	C-3 6.5	"
実施例 11	"	B-3 10.5	C-4 6.5	"
実施例 12	RY	B-2 10.5	C-2 5.3	"
実施例 13	RTS	B-1 10.5	C-1 5.3	A-3
実施例 14	"	B-1 10.5	C-1 5.3	147

[A table 3] A table 2

[0108]

[A table 4] Table 2 (continuation)

調整直後		50℃、30日後		印字性
粒径 nm	粘度 mPa·s	粒径 nm	粘度 mPa·s	
134	2.92	131	3.18	○
133	2.94	136	3.06	○
124	2.90	127	2.94	○
136	3.06	134	3.04	○
131	2.96	135	2.94	○
139	2.88	137	2.91	○
138	2.96	325	3.98	×
127	2.92	243	3.66	×
133	2.98	204	3.46	△
123	2.94	128	3.16	○
136	3.01	136	3.08	○
137	3.00	133	3.04	○
132	2.89	138	2.87	○
135	2.88	137	2.90	○
123	2.97	125	2.95	○
125	2.78	129	2.81	○
132	2.94	143	3.12	○

[0109]

<Note> Pigment derivative QSA: The Quinacridone sulfonic-acid system compound PMQ: Phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound DMAMQ: Dimethyl aminomethylation Quinacridone Printing nature O:50 or more sheet printing is possible. \*\*: A blur etc. occurs less than [ more than 10 sheet 50 sheet ]. A blur etc. is generating [0110] less than [ x:10 sheet ]. In addition, although the Magenta colored water nature pigment dispersing element was obtained like the example 1 of a comparison except having used the dimethyl aminomethylation -2 and the 9-dimethyl Quinacridone (DMAMQ) 105 section (content conversion in a table; 10.5%), each of each properties of particle size and viscosity 30 days immediately after preparation and after 50 degree-Cx and printing nature of this dispersing element was substantially [ as the result of this example 1 of a comparison ] the same.

[0111] According to the above-mentioned example, it turns out that the recording ink of this invention is compared with the recording ink using the watercolor pigment dispersing element which consists of a conventional quinacridone pigment and a conventional dimethyl aminomethylation Quinacridone system compound, and the buildup or hyperviscosity-izing of particle size after the prolonged neglect in an elevated temperature cannot take place easily. And it turns out that the buildup or hyperviscosity-izing of particle size after the prolonged neglect further in an elevated temperature cannot take place easily, and printing nature of recording ink of this invention using the watercolor pigment dispersing element which consists of a quinacridone pigment, a phthalimidomethyl-ized Quinacridone system compound, and a Quinacridone sulfonic-acid system compound also improves rather than the recording ink of this invention using this aquosity dispersing element which consists only of before 2 person.

[0112] Moreover, in the recording ink presentation of a piezo method, it turns out are [ at the time of permuting a dispersant by the anionic radical content organic high molecular compound from the conventional surfactant ] formation of viscosity reduction after the prolonged neglect in an elevated temperature, and that a printing disposition top is more remarkable compared with the case of a liquid presentation of a thermal method.

[0113]

[Effect of the Invention] The watercolor pigment dispersing element of the red of this invention thru/or a Magenta color is excellent in dispersibility and distributed stability, when it is used for recording ink, such as ink for ink jet printers, can give recording ink excellent in storage stability, color rendering properties, and transparency, and can form a clear image.

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開2000-191974

(P2000-191974A)

(43)公開日 平成12年7月11日 (2000.7.11)

(51)Int.Cl.<sup>7</sup>

識別記号

F I

テマコート<sup>®</sup> (参考)

C 0 9 D 17/00

C 0 9 D 17/00

4 J 0 3 7

C 0 9 B 48/00

C 0 9 B 48/00

Z 4 J 0 3 9

67/20

67/20

H

C 0 9 D 11/02

C 0 9 D 11/02

審査請求 未請求 請求項の数11 O.L (全 14 頁)

(21)出願番号

特願平10-373119

(71)出願人 000002886

大日本インキ化学工業株式会社  
東京都板橋区坂下3丁目35番58号

(22)出願日

平成10年12月28日 (1998.12.28)

(72)発明者 関 義勝

茨城県鹿島郡波崎町柳川2710

(72)発明者 安井 健悟

茨城県鹿島郡波崎町柳川2710

(72)発明者 田中 正夫

千葉県佐原市佐原3556-16

(74)代理人 100088764

弁理士 高橋 勝利

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 水性顔料分散体ならびに水性記録液

(57)【要約】

【課題】分散レベル、分散安定性に共に優れた赤色またはマゼンタ色の水性顔料分散体を提供する。

【解決手段】少なくともキナクリドン系顔料およびタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を含有することを特徴とする水性顔料分散体。

1

2

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 少なくともキナクリドン系顔料およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を含有することを特徴とする水性顔料分散体。

【請求項2】 少なくともキナクリドン系顔料、キナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を含有することを特徴とする水性顔料分散体。

【請求項3】 少なくともキナクリドン系顔料、キナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物、ならびにアニオン性基含有有機高分子化合物を含有することを特徴とする水性顔料分散体。

【請求項4】 キナクリドン系顔料100重量部に対してキナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物の使用量がそれぞれ3重量部以上あって、かつキナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物の使用量の和が6～30重量部である請求項2～3記載の水性顔料分散体。

【請求項5】 顔料がアニオン性基含有有機高分子化合物によって被覆されている請求項3～4記載の水性顔料分散体。

【請求項6】 アニオン性基がカルボキシル基およびカルボキシラート基である請求項2～5記載の水性顔料分散体。

【請求項7】 カルボキシラート基の対イオンが、アンモニウムイオンおよびアルカリ金属イオンからなる群から選ばれるカチオンである請求項6記載の水性顔料分散体。

【請求項8】 アニオン性基含有有機高分子化合物の重量平均分子量が5,000～50,000である請求項3～7記載の水性顔料分散体。

【請求項9】 アニオン性基含有有機高分子化合物の酸価が30～220mg KOH/gおよびガラス転移点が-20～60℃である請求項3～8記載の水性顔料分散体。

【請求項10】 顔料とアニオン性基含有有機高分子化合物の比率が、顔料100重量部に対してアニオン性基含有有機高分子化合物が25重量部～200重量部である請求項3～9記載の水性顔料分散体。

【請求項11】 請求項1～10記載の水性顔料分散体を含有することを特徴とする水性記録液。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、赤色ないしマゼンタ色の水性顔料分散体と該顔料分散体を用いた水性記録液に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】 従来、サインペン、水性マーカー等の筆

記具や、インクジェットプリンターのインクには、色材として染料が用いられてきた。染料を用いた記録液は着色力や鮮明性で優れているが、耐光性や耐水性等に問題を有していた。

【0003】一方、水性系記録液は、油性系記録液のような、火災の危険性や変異原性などの毒性が皆無かより極めて低減できる上で、極めて優れた特徴を有している。

【0004】耐光性および耐水性の問題を解決するため、近年、上述した用途分野において色材の染料から顔料への転換が活発に検討されている。当該分野、特にインクジェット用インクの分野において顔料を色材として使用するには、固一液二相系である顔料分散体における非常に高いレベルの分散性および分散安定性が必要とされている。かかる高度の分散性および分散安定性を達成するための手段として、特開平9-151342号公報に顔料をアニオン性基含有有機高分子化合物で被覆したマイクロカプセル化顔料分散体が開示されており、その実施例中にはキナクリドン系顔料とジメチルアミノメチル化キナクリドンを用いたマゼンタ色水性分散体が開示されている。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】 しかしながら、上記公報に記載のマゼンタ色水性顔料分散体も、分散レベルおよび分散安定性の面で十分満足できるものではなかった。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】 本発明者らは、上記課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、少なくともキナクリドン系顔料およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を含有することを特徴とするマゼンタ色水性顔料分散体、とりわけ少なくともキナクリドン系顔料、キナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物、ならびにアニオン性基含有有機高分子化合物を含有することを特徴とする水性顔料分散体が、かかる諸要求を満足させることを見出し、本発明を完成させるに至った。

## 【0007】

## 【発明の実施の形態】

【0008】本発明の水性顔料分散体は、少なくともキナクリドン系顔料およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を含有することを特徴とする。

【0009】本発明に用いられるキナクリドン系顔料としては、公知慣用のものがいずれも使用できる。具体的には、例えばC.I.ピグメントレッド122等のジメチルキナクリドン系顔料、C.I.ピグメントレッド202、同レッド209等のジクロロキナクリドン系顔料、C.I.ピグメントバイオレット19等の無置換キナクリドン、およびこれらの顔料から選ばれる少なくとも2以上の顔料の混合物もしくは固溶体等を挙げ

ることができる。顔料は粉末状、顆粒状あるいは塊状の乾燥顔料でも良く、ウェットケーキやスラリーでも良い。

【0010】フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物としては、公知慣用のものがやはりいずれも使用できる。これは、公知の方法に従い、例えば無置換キナクリドン、ジメチルキナクリドン、ジクロロキナクリドン等とフタルイミドおよびホルムアルデヒド(パラホルム)を濃硫酸中で反応させることにより、合成することができる。

【0011】1分子あたりのフタルイミドメチル基の平均置換数としては0.5~2個程度が好ましく、特に0.7~1.5個程度が好ましい。置換数が少なすぎる場合には併用する効果が発現されにくく、多すぎる場合には滲み等、記録液としての特性の低下をもたらす場合がある。

【0012】本発明の水性顔料分散体は、キナクリドン系顔料とフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物との両方を含有すれば良いが、通常は、キナクリドン系顔料が主成分となる。

【0013】フタルイミドメチルキナクリドン系化合物の使用量としては、キナクリドン系顔料100重量部に対し、フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物の使用量が3重量部以上、中でも6~30重量部の範囲にあることが好ましく、特に10~25重量部の範囲にあることが好ましい。使用量が少なすぎる場合には併用する効果が発現されにくく、多すぎる場合には色相の変化、彩度の低下、記録時の滲み等の悪影響が現れる場合がある。

【0014】本発明の水性顔料分散体は、キナクリドン系顔料と、フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物のみが含まれていてもよいが、前記したのと異なるその他のキナクリドン系化合物を含んでいてもよい。この場合の好適なキナクリドン系化合物としては、キナクリドンスルホン酸系化合物がある。

【0015】キナクリドンスルホン酸系化合物としては、公知慣用のものがやはりいずれも使用できる。これは、例えば無置換キナクリドン、ジメチルキナクリドン、ジクロロキナクリドン等を公知の方法により濃硫酸等と反応させることで合成できるキナクリドンスルホン酸類、およびそのナトリウム、アルミニウム、カルシウム等の金属塩類、ならびにそのアンモニウム、オクタデシルアンモニウム、ジドデシルアンモニウム、ジメチルオクタデシルアンモニウム、ジメチルジオクタデシルアンモニウム、ベンジルジメチルオクタデシルアンモニウム等のアンモニウム塩類が挙げられ、なかでも併用効果の大きさとマイグレーション、ブリード等のマイナス効果を勘案すると、キナクリドンスルホン酸のアルミニウムやカルシウム等の金属塩が好ましく、特に同アルミニウム塩が好ましい。

【0016】1分子あたりのスルホン基の平均置換数としては0.5~2個程度が好ましく、特に0.7~1.5個程度が好ましい。置換数が少なすぎる場合には併用する効果が発現されにくく、多すぎる場合には滲み等、記録液としての特性の低下をもたらす場合がある。

【0017】キナクリドンスルホン酸系化合物の使用量としては、キナクリドン系顔料100重量部に対し、キナクリドンスルホン酸系化合物の使用量が3重量部以上、中でも6~30重量部の範囲にあることが好ましく、特に10~25重量部の範囲にあることが好ましい。使用量が少なすぎる場合にはやはり併用する効果が発現されにくく、多すぎる場合には色相の変化、彩度の低下、記録時の滲み等の悪影響が現れる場合がある。

【0018】キナクリドンスルホン酸系化合物とフタルイミドメチルキナクリドン系化合物との両方を用いる場合の使用量としては、キナクリドン系顔料100重量部に対し、キナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物の使用量がそれぞれ3重量部以上、かつキナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物の使用量の和が6~30重量部の範囲にあることが好ましく、特に使用量の和が10~25重量部の範囲にあることが好ましい。使用量が少なすぎる場合には併用する効果が発現されにくく、多すぎる場合には色相の変化、彩度の低下、記録時の滲み等の悪影響が現れる場合がある。

【0019】本発明の水性顔料分散体は、例えば上記したキナクリドン系顔料他を、分散剤や自己分散性高分子化合物、あるいは塩基等、所望の添加剤とともに、既に公知の各種分散装置を用いて、水性媒体中で分散することにより製造することができるが、とりわけアニオン性基含有有機高分子化合物とともに分散させた場合に、より分散レベルおよび分散安定性に優れた水性顔料分散体を得ることができる。

【0020】水性分散体中に含まれる、少なくともキナクリドン系顔料は、アニオン性基含有有機高分子化合物と単に併存しているのより、このアニオン性基含有有機高分子化合物によって被覆されている方が、中でも、さらにフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物も前記同様に被覆されているのが前記技術的効果の点でも好ましい。最適なのは、キナクリドン系顔料、フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物およびキナクリドンスルホン酸系化合物のいずれもが、アニオン性基含有有機高分子化合物によって被覆されている場合である。

【0021】本発明の水性顔料分散体で使用するアニオン性基含有有機高分子化合物は、アニオン性基を有していれば特に限定されるものではなく、例えばカルボキシル基、スルホン基、ホスホ基、チオカルボキシル基等を含有するアニオン性基含有モノマーとこれらアニオン性基含有モノマーと共に重合し得る他のモノマーを共重

合させて得られるアニオン性基含有有機高分子化合物が上げられるが、原料モノマーの入手のしやすさ、価格等を考慮すると、カルボキシル基またはスルホン基を含有するアニオン性基含有有機高分子化合物が好ましく、電気的中性状態とアニオン状態の共存範囲を広く制御できる点でカルボキシル基を含有するアニオン性基含有有機高分子化合物が特に好ましい。

【0022】本発明の水性顔料分散体で使用するアニオン性基含有有機高分子化合物としては、例えば、架橋部分を有していてもよい、アニオン性基を有する有機高分子化合物がある。

【0023】代表的には、架橋部分を有するアニオン性基を有するアクリル酸エステル系重合体、架橋部分を有さないアニオン性基を有するアクリル酸エステル系重合体架橋部分を有するアニオン性基を有するメタアクリル酸エステル系重合体、架橋部分を有さないアニオン性基を有するメタアクリル酸エステル系重合体がある。本発明においては、アクリル酸エステルとメタクリル酸エステルとの両方を包含して(メタ)アクリル酸エステルと呼ぶものとする。また(メタ)アクリル酸エステル系重合体とは、(メタ)アクリル酸エステルを主成分として重合した重合体を意味する。

【0024】最適なアニオン性基含有有機高分子化合物は、アニオン性基がカルボキシル基およびカルボキシラート基の両方を含有するアニオン性基含有有機高分子化合物である。

【0025】カルボキシル基を含有するモノマーの例としてはアクリル酸、メタクリル酸、マレイン酸、フマル酸、クロトン酸、イタコン酸、4-ビニル安息香酸等の不飽和カルボン酸類；コハク酸ビニル、マレイン酸アリル、テレフタル酸ビニル、トリメリット酸アリル等の多塩基酸不飽和エステル類が挙げられる。またスルホン酸基を含有するモノマーの例としてはアクリル酸2-スルホエチル、メタクリル酸4-スルホフェニル等の不飽和カルボン酸スルホ置換アルキルまたはアリールエステル類；スルホコハク酸ビニル等のスルホカルボン酸不飽和エステル類；スチレン-4-スルホン酸等のスルホスチレン類を挙げることができる。

【0026】アニオン性基含有モノマーと共に重合し得るその他のモノマーの例としては、アクリル酸メチル、アクリル酸エチル、アクリル酸n-プロピル、アクリル酸イソプロピル、アクリル酸n-ブチル、アクリル酸イソブチル、アクリル酸t-ブチル、アクリル酸2-エチルヘキシル、アクリル酸n-オクチル、アクリル酸ドデシル、アクリル酸オクタデシル、アクリル酸シクロヘキシル、アクリル酸イソボルニル、アクリル酸ベンジル、アクリル酸2,3-エポキシプロピル、メタクリル酸2,3-エポキシブチル、メタクリル酸2,3-エポキシシクロヘキシル、メタクリル酸ビニル、マレイン酸ジメチル、マレイン酸ジエチル、フマル酸ジメチル、フマル酸ジエチル、イタコン酸エチル、イタコン酸ベンジル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシプロピル、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル、アクリル酸2-アミノエチル、アクリル酸2-アミノプロピル、アクリル酸3-アミノプロピル、アクリル酸2-(メチルアミノ)エチル、アクリル酸2-(エチルアミノ)エチル、アクリル酸2-(ジメチルアミノ)エチル、アクリル酸3-(ジメチルアミノ)プロピル、等の不飽和脂肪酸エステル類；アクリルアミド、N-メチルアクリルアミド、N-プロピルアクリルアミド、N-ジメチルアクリルアミド、N-ジエチルアクリルアミド、N-(2-アミノエチル)アクリルアミド、N-(2-アミノプロピル)アクリルアミド、N-[2-(メチルアミノ)エチル]アクリルアミド、N-[2-(メチルアミノ)プロピル]アクリルアミド、N-[3-(メチルアミノ)プロピル]アクリルアミド、N-[2-(ジメチルアミノ)エチル]アクリルアミド、N-[2-(ジメチルアミノ)プロピル]アクリルアミド、N-[3-(ジメチルアミノ)プロピル]アクリルアミド、メタクリルアミド、N-メチルメタクリルアミド、N-エチルメタクリルアミド、N-プロピルメタクリルアミド、N-ジメチルメタクリルアミド、N-ジエチルメタクリルアミド、N-ジプロピルメタクリルアミド、N-(2-アミノエチル)メタクリルアミド、N-(2-アミノプロピル)メタクリルアミド、N-(3-アミノプロピル)メタクリルアミド、N-[2-(メチルアミノ)エチル]メタクリルアミド、N-[2-(メチルアミノ)プロピル]メタクリルアミド、N-[3-(メチルアミノ)プロピル]メタクリルアミド、N-[2-(ジメチルアミノ)エチル]メタクリルアミド、N-[2-(ジメチルアミノ)プロピル]メタクリルアミド、N-[3-(ジメチルアミノ)プロピル]メタクリルアミド、マレアミド、N,N-ジメチルマレアミド、フマラミド、N,N-ジメチルフマラミド、等の不飽和脂肪酸アミド類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル、等の不饱和ニトリル類；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、ブタ

リル酸イソプロピル、メタクリル酸n-ブチル、メタクリル酸イソブチル、メタクリル酸t-ブチル、メタクリル酸2-エチルヘキシル、メタクリル酸n-オクチル、メタクリル酸ドデシル、メタクリル酸オクタデシル、メタクリル酸シクロヘキシル、メタクリル酸イソボルニル、メタクリル酸ベンジル、メタクリル酸2,3-エポキシプロピル、メタクリル酸2,3-エポキシブチル、メタクリル酸2,3-エポキシシクロヘキシル、メタクリル酸ビニル、マレイン酸ジメチル、マレイン酸ジエチル、フマル酸ジメチル、フマル酸ジエチル、イタコン酸エチル、イタコン酸ベンジル、アクリル酸2-ヒドロキシエチル、アクリル酸2-ヒドロキシプロピル、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル、メタクリル酸2-ヒドロキシプロピル、アクリル酸2-アミノエチル、アクリル酸2-アミノプロピル、アクリル酸3-アミノプロピル、アクリル酸2-(メチルアミノ)エチル、アクリル酸2-(エチルアミノ)エチル、アクリル酸2-(ジメチルアミノ)エチル、アクリル酸3-(ジメチルアミノ)プロピル、等の不飽和脂肪酸エステル類；アクリルアミド、N-メチルアクリルアミド、N-エチルアクリルアミド、N-プロピルアクリルアミド、N-ジメチルアクリルアミド、N-ジエチルアクリルアミド、N-(2-アミノエチル)アクリルアミド、N-(2-アミノプロピル)アクリルアミド、N-[2-(メチルアミノ)エチル]アクリルアミド、N-[2-(メチルアミノ)プロピル]アクリルアミド、N-[3-(メチルアミノ)プロピル]アクリルアミド、N-[2-(ジメチルアミノ)エチル]アクリルアミド、N-[2-(ジメチルアミノ)プロピル]アクリルアミド、N-[3-(ジメチルアミノ)プロピル]アクリルアミド、メタクリルアミド、N-メチルメタクリルアミド、N-エチルメタクリルアミド、N-プロピルメタクリルアミド、N-ジメチルメタクリルアミド、N-ジエチルメタクリルアミド、N-(2-アミノエチル)メタクリルアミド、N-(2-アミノプロピル)メタクリルアミド、N-(3-アミノプロピル)メタクリルアミド、N-[2-(メチルアミノ)エチル]メタクリルアミド、N-[2-(メチルアミノ)プロピル]メタクリルアミド、N-[3-(メチルアミノ)プロピル]メタクリルアミド、N-[2-(ジメチルアミノ)エチル]メタクリルアミド、N-[2-(ジメチルアミノ)プロピル]メタクリルアミド、N-[3-(ジメチルアミノ)プロピル]メタクリルアミド、マレアミド、N,N-ジメチルマレアミド、フマラミド、N,N-ジメチルフマラミド、等の不饱和脂肪酸アミド類；アクリロニトリル、メタクリロニトリル、等の不饱和ニトリル類；酢酸ビニル、プロピオン酸ビニル、ブタ

ン酸ビニル、ヘキサン酸ビニル、2-エチルヘキサン酸ビニル、オクタデカン酸ビニル、安息香酸ビニル、酢酸アリル、プロピオン酸アリル、ヘキサン酸アリル、デカン酸アリル、等のカルボン酸不飽和エステル類；エチルビニルエーテル、ブチルビニルエーテル、等の不飽和エーテル類；スチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、 $\alpha$ -メチルスチレン、 $m$ -メチルスチレン、 $p$ -メチルスチレン、 $p$ - $t$ -ブチルスチレン、4-メトキシスチレン、4-クロロスチレン、等スチレン類；エチレン、プロピレン、1-ブテン、1-オクテン、ビニルシクロヘキサン、4-ビニルシクロヘキセン、等の不飽和炭化水素類；塩化ビニル、塩化ビニリデン、テトラフルオロエチレン、3-クロロプロピレン、等の不飽和ハロゲン化炭化水素類；4-ビニルビリジン、N-ビニルカルバゾール、N-ビニルピロリドン、等のビニル置換複素環化合物類；上記例示モノマー中のカルボキシル基、水酸基、アミノ基等活性水素を有する置換基を含有するモノマーとエチレンオキシド、プロピレンオキシド、シクロヘキセンオキシド等、エポキシド類との反応生成物；上記例示モノマー中の水酸基、アミノ基等を有する置換基を含有するモノマーと酢酸、プロピオン酸、ブタン酸、ヘキサン酸、デカン酸、ドデカン酸等カルボン酸類との反応生成物等を挙げることができる。

【0027】かかるアニオン性基含有有機高分子化合物は、塊状重合、溶液重合、懸濁重合、乳化重合等の従来より公知の種々の反応方法によって合成することができる。

【0028】本発明に用いられるアニオン性基含有有機高分子化合物の重量平均分子量は2,000～100,000の範囲にあることが好ましく、5,000～50,000の範囲にあることが特に好ましい。重量平均分子量が小さすぎると分散体自体の分散安定性が低下し、大きすぎると分散体の粘度が高くなるだけでなく、分散性が低下する傾向が認められる。また重量平均分子量が小さすぎたり大きすぎる場合には、例えばインクジェットプリンタ用インクに適用した場合に、印字特性に関して悪影響を及ぼし、長期間安定した印字を行わせることが困難になる。

【0029】また本発明に用いられるアニオン性基含有有機高分子化合物の酸価およびガラス転移点はそれぞれ30～220mg KOH/g および-20～60°Cの範囲にあることが好ましい。酸価が低すぎる場合には水性顔料分散体の分散性や分散安定性が低下し、またインクジェットプリンタ用インクに適用した場合の印字安定性が悪くなる。酸価が高すぎる場合には、インクジェットプリンタ用インクに適用した場合に画像の耐水性が低下する。ガラス転移点が高すぎる場合には安定した印字が得にくく、低すぎる場合には耐摩擦性、耐棒積み性等の画像保存性が低下する傾向がある。

【0030】本発明の水性顔料分散体中におけるアニオ

ン性基含有有機高分子化合物は、アニオン性基の少なくとも一部が塩基性物質によってイオン化された形態をとっていることが分散性、分散安定性の発現のうえで好ましい。アニオン性基のうちイオン化された基の最適割合は、用いるアニオン性基含有有機高分子化合物の組成、分子量、酸価等により変化するため一意的に限定されるものではないが、所望の分散性、分散安定性が発現される範囲であればよく、通常30～100%、特に70～100%の範囲に設定されることが好ましい。このイオン化された基の割合はアニオン性基と塩基性物質のモル比を意味しているのではなく、解離平衡を考慮に入れたものである。例えばアニオン性基がカルボキシル基の場合、化学量論的に等量の強塩基性物質を用いても解離平衡によりイオン化された基の割合は100%未満であって、カルボキシラート基とカルボキシル基の混在状態である。

【0031】このように、アニオン性基含有有機高分子化合物の、アニオン性基の少なくとも一部をイオン化するために用いる塩基性物質としては、公知慣用のものが挙げられが、例えばアンモニア、第一級、第二級もしくは第三級の有機アミン（塩基性含窒素複素環化合物を含む）、水酸化アルカリ金属からなる群から選ばれる化合物が好適には挙げられる。これらの例示した好適な塩基性物質でアニオン性基の少なくとも一部をイオン化することにより、カルボキシラート基の対イオンは、アンモニウムイオン（塩基性含窒素複素環化合物のプロトン化カチオンを含む）、アルカリ金属イオンからなる群から選ばれるカチオンとなる。

【0032】本発明においては、以下、少なくともキナクリドン系顔料およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を含有するものを、単に顔料という。従つて、以下、キナクリドン系顔料、キナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を含有するものも、この顔料の定義に含まれる。

【0033】本発明の水性顔料分散体における顔料とアニオン性基含有有機高分子化合物の比率は顔料100重量部に対しアニオン性基含有有機高分子化合物25～200重量部程度が好ましい。アニオン性基含有有機高分子化合物の比率が低すぎる場合には水性記録液として用いた場合の耐摩擦性が低下し、逆に高すぎる場合には水系記録液を調整した場合に粘度が高くなる傾向が認められる。

【0034】本発明の水性顔料分散体は、少なくとも顔料、アニオン性基含有有機高分子化合物、塩基性物質および水からなる混合物を分散する工程を含むプロセスによって製造することができる。

【0035】本発明の水性顔料分散体の製造プロセスに組み込み得る分散工程以外の工程の例としては、予備分散工程、溶解工程、希釈工程、蒸留工程、遠心分離工程、酸析工程、濾過工程、再分散工程、pH調整工程、

充填工程等が挙げられる。

【0036】予備分散工程の例には、溶液状態または溶融状態の樹脂と顔料を混合、分散し、スラリー状、ペースト状もしくはマスター・バッチまたはチップと呼ばれる固体状態にする工程等がある。溶解工程の例には、固体状のアニオン性基含有有機高分子化合物を有機溶剤、好ましくは水溶性有機溶剤中、または塩基性物質を含む水性媒体中に溶解させる工程、もしくはアニオン性基含有有機高分子化合物の水溶性有機溶剤溶液を塩基性物質を含む水性媒体中に溶解させる工程等がある。

【0037】本発明では、顔料、アニオン性基含有有機高分子化合物、塩基性物質および水からなる混合物を分散する工程を必須として含ませる。この混合物には水溶性有機溶剤を含めるのが好ましい。より具体的には、少なくとも顔料、アニオン性基含有有機高分子化合物、塩基性物質、水溶性有機溶剤および水からなる混合物を分散する工程を含ませることが好ましい。

【0038】本発明の水性分散体としては、分散到達レベル、分散所要時間および分散安定性の全ての面で、より優れた特性を發揮させるに当たっては、顔料がアニオン性基含有有機高分子化合物によって被覆された、カプセル化顔料が水性分散体中に分散することが好ましい。この様な状態を形成するため、顔料がアニオン性基含有有機高分子化合物を含有する液媒体中に分散している状態において、前記の後工程として、溶解状態にあるアニオン性基含有有機高分子化合物を顔料表面に被覆させる工程を組み込むことが好ましい。

【0039】溶解状態にあるアニオン性基含有有機高分子化合物を顔料表面に被覆させる工程としては、アルカリ性水性溶液に溶解しているアニオン性基含有有機高分子化合物を、溶液を酸性化することにより析出させる工程が好ましい。

【0040】蒸留工程の例には、分散工程において有機溶剤を使用した場合にこれを除去する工程、所望の固形分濃度にするため余剰の水を除去する工程等がある。遠心分離工程の例には、水性記録液としての使用適性に悪影響を及ぼす分散体中の粗大粒子を除去する工程等がある。

【0041】酸析工程の例には、分散工程で得られた水性分散体に塩酸、硫酸、酢酸等の酸を加えて酸性化し、アニオン性基含有有機高分子化合物を顔料粒子表面に析出させる工程等がある。この工程により顔料とアニオン性基含有有機高分子化合物との相互作用を高めることができる。濾過工程の例には、遠心分離工程と同様に分散体中の粗大粒子をカートリッジフィルターやメンブランフィルターにより除去する工程、前述した酸析工程後に固形分をフィルタープレス、ヌッチャ式濾過装置、加圧濾過装置等により濾過する工程等がある。再分散工程の例には、酸析工程、濾過工程によって得られた固形分に塩基性物質および必要により水や添加物を加えて再び分散体

とする工程がある。それによりアニオン性基含有有機高分子化合物中のイオン化したアニオン性基の対イオンを分散工程で用いたものから変更することができる。

【0042】分散工程においては水溶性有機溶剤を併用することができ、それにより分散工程における液粘度を低下させることができるものがある。水溶性有機溶剤の例としてはアセトン、メチルエチルケトン、メチルブチルケトン、メチルソブチルケトン、等のケトン類；メタノール、エタノール、2-プロパノール、2-メチル-1-プロパノール、1-ブタノール、2-メトキシエタノール、等のアルコール類；テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン、1,2-ジメトキシエタン、等のエーテル類；ジメチルホルムアミド、N-メチルピロリドン、等のアミド類が挙げられる。これらの水溶性有機溶剤はアニオン性基含有有機高分子化合物溶液として用いられても良く、別途独立に分散混合物中に加えられても良い。

【0043】分散工程において用いることのできる分散装置として、既に公知の種々の方式による装置が使用でき、特に限定されるものではないが、例えば、スチール、ステンレス、ジルコニア、アルミナ、窒化ケイ素、ガラス等でできた直径0.1～10mm程度の球状分散媒体の運動エネルギーを利用して方式、機械的攪拌による剪断力を利用する方式、高速で供給された被分散物流束の圧力変化、流路変化あるいは衝突に伴って発生する力を利用する方式、等の分散方式を探ることができる。

【0044】上記した通り、本発明において、アニオン性基含有有機高分子化合物としては、架橋部分を有するアニオン性基含有有機高分子化合物を用いることができる。但し、後述する水性記録液の用途においては、高度な分散安定性が要求される場合が多く、予め架橋を完了させておいて、搬送時、保管時、実使用時（記録時）には架橋反応が起こらないようにしておくのが好ましい。

【0045】本発明においてアニオン性基含有有機高分子化合物が架橋性基を含有する場合、例えば、アクリル酸2,3-エポキシプロピル、アクリル酸2,3-エポキシブチル、アクリル酸2,3-エポキシシクロヘキシル、メタクリル酸2,3-エポキシプロピル、メタクリル酸2,3-エポキシブチル、メタクリル酸2,3-エポキシシクロヘキシル等のエポキシ基を有する不飽和脂肪酸類の少なくとも1以上からなるモノマーを含んだ共重合体である場合には、水性分散体製造プロセスにおいて、分散工程以降の任意の段階で開環反応させ、架橋させることができる。開環反応温度は80～140℃程度が好ましい。反応温度は低すぎる場合には反応速度が遅く、反応完結に長時間を要するため、顔料粒子同士が融着して凝集体を形成しやすくなる。反応温度が高すぎる場合には、顔料粒子同士の融着や顔料粒子自体の成長が起り、いずれにしても好ましくない。反応温度が分散体の沸点より高くなる場合には加圧反応装置を用いる必

要がある。

【0046】本発明の記録液は、少なくともキナクリドン系顔料およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を含有する水性顔料分散体に、例えば水溶性有機溶剤、水等を混合して調製される。必要に応じて、界面活性剤、水溶性樹脂、防腐剤、粘度調整剤、pH調整剤、キレート化剤等を添加することもできる。

【0047】記録液の調整に用いることのできる水溶性有機溶剤の例としては、メタノール、エタノール、1-ブロパノール、2-ブロパノール、2-メチル-1-ブロパノール、1-ブタノール、2-メトキシエタノール、2-ブトキシエタノール、2-(2-メトキシエトキシ)エタノール、2-[2-(2-メトキシエトキシ)エトキシ]エタノール、2-[2-(2-ブトキシエトキシ)エトキシ]エタノール等のアルコール類；1,2-エタンジオール、1,2-ブロパンジオール、1,2-ブタジオール、2,3-ブタンジオール、2,2'-オキシビスエタノール、2,2'-エチレンジオキシビス(エタノール)、チオジエタノール、グリセリン、1,2,6-ヘキサントリオール等の多価アルコール類；ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド、N-メチルピロリドン、1,3-ジメチル-2-イミダゾリジノン等のアミド類；アセトン、メチルエチルケトン、メチルn-ブチルケトン、メチルイソブチルケトン等のケトン類；テトラヒドロフラン、1,4-ジオキサン、1,2-ジメトキシエタン、1,2-ジエトキシエタン、2,2'-オキシビス(2-メトキシエタン)、2,2'-オキシビス(2-エトキシエタン)、2,2'-エチレンジオキシビス(2-メトキシエタン)、2,2'-エチレンジオキシビス(2-メトキシエタン)等のエーテル類が挙げられる。記録液中の水溶性有機溶剤の含有割合は、5.0重量%以下が好ましく、5～40重量%の範囲が特に好ましい。

【0048】本発明の記録液に添加しても良い界面活性剤としては、アニオン性、カチオン性、両性イオン性、非イオン性のいずれの活性剤でも良い。

【0049】アニオン性界面活性剤の例としては、ステアリン酸ナトリウム、オレイン酸カリウム、半硬化牛脂脂肪酸ナトリウム、等の脂肪酸塩類；ドデシル硫酸ナトリウム、ドデシル硫酸トリ(2-ヒドロキシエチル)アンモニウム、オクタデシル硫酸ナトリウム等のアルキル硫酸エステル塩類；ノルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、オクタデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ドデシルジフェニルエーテルジスルホン酸ナトリウム等のベンゼンスルホン酸塩類；ドデシルナフタレンスルホン酸ナトリウム、ナフタレンスルホン酸ホルマリン縮合物等のナフタレンスルホン酸塩類；スルホコハク酸ジドデシルナトリウム、スルホコハク酸ジオクタデシルナトリウム等のスル

ホコハク酸エステル塩類；ポリオキシエチレンドデシルエーテル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンドデシルエーテル硫酸トリ(2-ヒドロキシエチル)アンモニウム、ポリオキシエチレンオクタデシルエーテル硫酸ナトリウム、ポリオキシエチレンドデシルフェニルエーテル硫酸ナトリウム等のポリオキシエチレン硫酸エステル塩類；ドデシルリン酸カリウム、オクタデシルリン酸ナトリウム等のリン酸エステル塩類等が挙げられる。

【0050】カチオン性界面活性剤の例としては、酢酸オクタデシルアンモニウム、ヤシ油アミン酢酸塩等のアルキルアミン塩類；塩化ドデシルトリメチルアンモニウム、塩化ジオクタデシルトリメチルアンモニウム、塩化ジオクタデシルジメチルアンモニウム、塩化ドデシルベンジルジメチルアンモニウム等の第4級アンモニウム塩類が挙げられる。

【0051】両性イオン性活性剤の例としては、ドデシルベタイン、オクタデシルベタイン等のアルキルベタイン類；ドデシルジメチルアミンオキシド等のアミンオキシド類等が挙げられる。

【0052】非イオン性界面活性剤の例としては、ポリオキシエチレンドデシルエーテル、ポリオキシエチレンヘキサデシルエーテル、ポリオキシエチレンオクタデシルエーテル、ポリオキシエチレン(9-オクタデセニル)エーテル等のポリオキシエチレンアルキルエーテル類；ポリオキシエチレンオクチルフェニルエーテル、ポリオキシエチレンノルフルフェニルエーテル等のポリオキシエチレンフェニルエーテル類；ポリ酸化エチレン、コ-ポリ酸化エチレン酸化プロピレン等のオキシラン重合体類；ソルビタンドデカン酸エステル、ソルビタンヘキサデカン酸エステル、ソルビタンオクタデカン酸エステル、ソルビタン(9-オクタデセン酸)エステル、ソルビタン(9-オクタデセン酸)トリエステル、ポリオキシエチレンソルビタンドデカン酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタンオクタデカン酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン(9-オクタデセン酸)エステル、ポリオキシエチレンソルビタン(9-オクタデセン酸)トリエステル等のソルビタン脂肪酸エステル類；ポリオキシエチレンソルビトール(9-オクタデセン酸)テトラエステル等のソルビトール脂肪酸エステル類；グリセリンオクタデカン酸エステル、グリセリン(9-オクタデセン酸)エステル等のグリセリン脂肪酸エステル類が挙げられる。これらの非イオン性活性剤の中でもHLBが1.4以上のものが特に好ましい。

【0053】本発明の水性記録液に添加されても良い水溶性樹脂の例としては、にかわ、ゼラチン、カゼイン、アルブミン、アラビアゴム、フィッシュグリュー、アルギン酸、メチルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ポリ酸化エチレン、

ポリビニルアルコール、ポリアクリラミド、ポリアクリル酸、ポリビニルエーテル、ポリビニルピロリドン、スチレン-マレイン酸共重合体、スチレン-アクリル酸共重合体、アクリル酸エステルーアクリル酸共重合体等が挙げられる。

【0054】水溶性樹脂は、定着性や粘度調節、速乾性を挙げる目的で、必要に応じて使用されるものであり、記録液に使用する場合の記録液中の水溶性樹脂の含有割合は、0～30重量%が好ましく、0～20重量%が特に好ましい。

【0055】本発明の水性記録液は、サインペン、マーカー等の文具類や各種プリンタ、プロッタ類のインクとして好適に使用することができ、とりわけ、その優れた分散性、分散安定性を生かしてインクジェット用インクとして好適に使用することができる。

【0056】本発明は以下の通りの具体的な実施形態を包含する。

1. 少なくともキナクリドン系顔料およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を含有することを特徴とする水性顔料分散体。

【0057】2. 少なくともキナクリドン系顔料、キナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物を含有することを特徴とする水性顔料分散体。

【0058】3. 少なくともキナクリドン系顔料、キナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物、ならびにアニオン性基含有有機高分子化合物を含有することを特徴とする水性顔料分散体。

【0059】4. キナクリドン系顔料100重量部に対してキナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物の使用量がそれぞれ3重量部以上であって、かつキナクリドンスルホン酸系化合物およびフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物の使用量の和が6～30重量部である上記2～3記載の水性顔料分散体。

【0060】5. 顔料がアニオン性基含有有機高分子化合物によって被覆されている上記3～4記載の水性顔料分散体。

【0061】6. アニオン性基がカルボキシル基およびカルボキシラート基である上記2～5記載の水性顔料分散体。

【0062】7. カルボキシラート基の対イオンが、アンモニウムイオンおよびアルカリ金属イオンからなる群から選ばれるカチオンである上記6記載の水性顔料分散体。

【0063】8. アニオン性基含有有機高分子化合物の重量平均分子量が5,000～50,000である上記3～7記載の水性顔料分散体。

【0064】9. アニオン性基含有有機高分子化合物

の酸価が30～220mg KOH/g およびガラス転移点が-20～60℃である上記3～8記載の水性顔料分散体。

【0065】10. 顔料とアニオン性基含有有機高分子化合物の比率が、顔料100重量部に対してアニオン性基含有有機高分子化合物が25重量部～200重量部である上記3～9記載の水性顔料分散体。

【0066】上記1～10記載の水性顔料分散体を含有することを特徴とする水性記録液。

【0067】

【実施例】以下、実施例および比較例を用いて本発明をさらに詳細に説明する。以下の実施例および比較例において、「部」および「%」は、「重量部」および「重量%」を表わす。

【0068】<合成例1> (アニオン性基含有有機高分子化合物A-1の合成)

攪拌装置、滴下装置、温度センサー、および上部に窒素導入装置を有する環流装置を取り付けた反応容器を有する自動重合反応装置(重合試験機DSL-2AS型、蕊産業(株)製)の反応容器にメチルエチルケトン500部を仕込み、攪拌しながら反応容器内を窒素置換した。

反応容器内を窒素雰囲気に保ちながら75℃に昇温させた後、滴下装置よりメタクリル酸n-ブチル315.0部、アクリル酸n-ブチル25.0部、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル75.0部、アクリル酸85.0部および「パ-ブチルO」(有効成分ペルオキシ2-エチルヘキサン酸t-ブチル、日本油脂(株)製)40.0部の混合液を2時間かけて滴下した。滴下終了後、さらに同温度で15時間反応を継続させて、酸価132、ガラス転移温度(計算値)29℃、重量平均分子量21,000のアニオン性基含有有機高分子化合物溶液を得た。反応終了後、メチルエチルケトンの一部を減圧留去し、樹脂溶液の不揮発分を50%に調整した。

【0069】以下の合成例においても溶剤の減圧留去または添加により樹脂溶液の不揮発分を50%に調整した。

【0070】<合成例2> (アニオン性基含有有機高分子化合物A-2の合成)

モノマー組成をメタクリル酸n-ブチル202.6部、アクリル酸ブチル22.8部、メタクリル酸2-ヒドロキシエチル75.0部、メタクリル酸100.0部、スチレン99.6部に変えたこと以外は合成例1と同様にして酸価130、ガラス転移温度(計算値)54℃、重量平均分子量22,500のアニオン性基含有有機高分子化合物溶液を得た。

【0071】<合成例3> (アニオン性基含有有機高分子化合物A-3の合成)

メチルエチルケトン500部を600部に、モノマー組成をメタクリル酸n-ブチル101.2部、アクリル酸ブチル114.4部、メタクリル酸2-ヒドロキシエチ

ル75.0部、メタクリル酸84.4部、スチレン100.0部、メタクリル酸2,3-エボキシプロピル25.0部に変えたこと以外は合成例1と同様にして酸価110、ガラス転移温度(計算値)30℃、重量平均分子量26,300のアニオン性基含有有機高分子化合物溶液を得た。

【0072】<実施例1>冷却用ジャケットを備えた混合槽に、顔料としてファストゲンスーパー・マゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)842部、3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数1.3:B-1)105部、フタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.4:C-1)53部と、合成例2で得たアニオン性基含有有機高分子化合物A-2の溶液1,000部、20%水酸化ナトリウム水溶液200部、および水2,800部、を仕込み、攪拌、混合した。混合液を直径0.3mmのジルコニアビーズを充填した分散装置(SCミルSC100/32型、三井鉱山(株)製)に通し、循環方式(分散装置より出た分散液を混合槽に戻す方式)により2時間分散した。分散装置の回転数は2,700回転/分とし、冷却用ジャケットには冷水を通して分散液温度が40℃以下に保たれるようにした。

【0073】分散終了後、混合槽より分散原液を抜き取り、次いで水10,000部で混合槽および分散装置流路を洗浄し、分散原液と合わせて希釈分散液を得た。

【0074】ガラス製蒸留装置に希釈分散液を入れ、メチルエチルケトンの全量と水の一部を留去した。室温まで放冷後、ディスパ(TKホモディスパ20型、特殊機化工業(株)製)にて分散し、さらに遠心分離器(50A-1V型、(株)佐久間製作所)にて粗大粒子を除去したのち、不揮発分を調整して不揮発分20%の水性顔料分散体を得た。

【0075】<実施例2>実施例1と同様にして希釈分散液を得た。希釈分散液に攪拌しながら10%塩酸を滴下してpH3.5に調整したのち、固形分をヌッチャ式濾過装置で濾過、水洗した。ケーキを容器に採り、20%水酸化カリウム水溶液300部を加えた後、ディスパ(TKホモディスパ20型、特殊機化工業(株)製)にて分散し、さらに水を加えて不揮発分を調整して、不揮発分20%の水性顔料分散体を得た。

【0076】<実施例3>顔料としてファストゲンスーパー・マゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)842部、3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数1.3:B-1)53部、およびフタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.4:C-1)105部を用いたこと以外は実施例2と同様にして水性顔料分散体を得た。

【0077】<実施例4>顔料としてファストゲンスーパー・マゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)894部、3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数1.3:B-1)53部、およびフタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.4:C-1)53部を用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0078】<実施例5>顔料としてファストゲンスーパー・マゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)844部、3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数1.3:B-1)78部、およびフタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.4:C-1)78部を用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0079】<実施例6>顔料としてファストゲンスーパー・マゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)790部、3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数1.3:B-1)105部、およびフタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.4:C-1)105部を用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0080】<比較例1>顔料としてファーストゲンスーパー・マゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)947部、ジメチルアミノメチル化-2,9-ジメチルキナクリドン53部を用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0081】<比較例2>顔料としてファストゲンスーパー・マゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)895部、および3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数1.3:B-1)105部を用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0082】<実施例7>アニオン性基含有有機高分子化合物として、合成例1で得たアニオン性基含有有機高分子化合物A-1の溶液1,000部を用い、また20%水酸化ナトリウム水溶液200部をトリエチルアミン110部に変えたこと以外は実施例2と同様にして不揮発分20%の水性顔料分散体を得た。

【0083】<実施例8>顔料としてファストゲンスーパー・マゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)811部、3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩

(平均スルホン基数0.8:B-2)126部、フタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数0.7:C-2)63部用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0084】<実施例9>顔料としてファストゲンスーパーマゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)851部、キナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数1.1:B-3)96部、フタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.0:C-3)53部用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0085】<実施例10>顔料としてファストゲンスーパーマゼンタHS(C.I.ピグメントレッド202、大日本インキ化学工業(株)製)830部、キナクリドンスルホン酸カルシウム塩(平均スルホン基数1.1:B-4)105部、フタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.0:C-3)65部用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0086】<実施例11>顔料としてファストゲンスーパーマゼンタHS(C.I.ピグメントレッド202、大日本インキ化学工業(株)製)830部、キナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数1.1:B-3)105部、フタルイミドメチル化キナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.0:C-4)65部用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0087】<実施例12>顔料としてファストゲンスーパーマゼンタRY(C.I.ピグメントレッド122とC.I.ピグメントバイオレット19との固溶体、大日本インキ化学工業(株)製)842部、3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数0.8:B-2)105部、フタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数0.7:B-2)53部用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0088】<実施例13>冷却用ジャケットを備えた混合槽に、顔料としてファストゲンスーパーマゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)842部、3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数1.3:B-1)105部、フタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.4:C-1)53部と、合成例3で得たアニオン性基含有有機高分子化合物A-3溶液1,000部、20%水酸化カリウム溶液300部、および水2,800部、を仕込み、攪拌、混合した。混合液を直径

0.3mmのジルコニアビーズを充填した分散装置(ドライスマルSF-12型、ドライスマルケ社製)に通し、循環方式により6時間分散した。分散装置の回転数は900回転/分とし、冷却用ジャケットには冷水を通して分散液温度が30℃以下に保たれるようにした。

【0089】分散終了後、混合槽より分散原液を抜き取り、次いで水10,000部で混合槽および分散装置流路を洗浄し、分散原液と合わせて希釈分散液を得た。

【0090】加圧反応装置に希釈分散液を入れ、密閉したのち攪拌しながら120℃で2時間加熱し、架橋反応を行わせた。放冷後、反応液をガラス製蒸留装置に入れ、メチルエチルケトンの全量と水の一部を留去した。

【0091】室温まで放冷後、分散液に攪拌しながら10%塩酸を滴下してpH3.5に調整したのち、固形分をヌッヂ式濾過装置で濾過、水洗した。

【0092】ケーキを容器に採り、20%水酸化カリウム水溶液300部を加えてディスパ(TKホモディスパ20型、特殊機化工業(株)製)にて分散し、さらに遠心分離器(50A-IV型、(株)佐久間製作所)にて粗大粒子を除去したのち、不揮発分を調整して不揮発分20%のマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0093】<実施例14>冷却用ジャケットを備えた混合槽に、顔料としてファストゲンスーパーマゼンタRTS(C.I.ピグメントレッド122、大日本インキ化学工業(株)製)842部、3,10-ジクロロキナクリドンスルホン酸アルミニウム塩(平均スルホン基数1.3:B-1)105部、フタルイミドメチル化-3,10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.4:C-1)53部と、エマルゲン147

(ポリオキシエチレンドデシルエーテル、花王(株)製)500部、20%水酸化ナトリウム水溶液200部、および水3,300部、を仕込み、攪拌、混合した。混合液を直径0.3mmのジルコニアビーズを充填した分散装置(SCミルSC100/32型、三井鉱山(株)製)に通し、循環方式(分散装置より出た分散液を混合槽に戻す方式)により2時間分散した。分散装置の回転数は2,700回転/分とし、冷却用ジャケットには冷水を通して分散液温度が40℃以下に保たれるようにした。

【0094】分散終了後、混合槽より分散原液を抜き取り、次いで水10,000部で混合槽および分散装置流路を洗浄し、分散原液と合わせて希釈分散液を得た。

【0095】ガラス製減圧蒸留装置に希釈分散液を入れ、10kPaの減圧下、メチルエチルケトンの全量と水の一部を留去した。室温まで放冷後、ディスパ(TKホモディスパ20型、特殊機化工業(株)製)にて分散し、さらに遠心分離器(50A-IV型、(株)佐久間製作所)にて粗大粒子を除去したのち、不揮発分を調整して不揮発分20%の水性顔料分散体を得た。

【0096】<実施例15>顔料としてファストゲンス

一バーマゼンタRTS (C. I. ピグメント レッド1  
22、大日本インキ化学工業(株)製) 895部、およびフタルイミドメチル化-3、10-ジクロロキナクリドン(平均フタルイミドメチル基数1.4:C-1)105部を用いたこと以外は実施例2と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得た。

【0097】<実施例16>(ピエゾ方式インクジェットプリンタ用水性記録液の適性評価)特開平7-228808号公報記載の実施例1を参考にしてピエゾ方式インクジェットプリンタ用インクを調整した。インク組成を以下に示す。  
10

## 【0098】

水性顔料分散体	25部
トリエレングリコールモノブチルエーテル	10部
ジエレングリコール	15部
サーフィノーム465(イアフロタック社製)	0.8部
水	49.2部

【0099】このようにして調製したインクについて、調整直後および50℃の恒温槽中で30日間貯蔵後に平均粒径と粘度を測定した。平均粒径はレーザードップラ式粒度分析計マイクロトラック(U P A 150型、リーズ&ノースロップ社製)で測定したメディアン径をもって平均粒径とした。粘度はR型粘度計(R-500型、東機産業(株)製)を用い、20℃で測定した。また、貯蔵後のインクを用い、ピエゾ方式のインクジェットプリンタ(MJ-8000C型、セイコーエプソン(株)製)にて50枚の連続印字を行い、印字性能を評価した。結果を表1に示す。  
20

## 【0100】

【表1】表1

顔料 分散体	顔料	顔料誘導体		樹脂
		QSA %	PMQ %	
実施例1	RTS	B-1 10.5	C-1 5.3	A-2
実施例2	"	B-1 10.5	C-1 5.3	"
実施例3	"	B-1 5.3	C-1 10.5	"
実施例4	"	B-1 5.3	C-1 5.3	"
実施例5	"	B-1 7.8	C-1 7.8	"
実施例6	"	B-1 10.5	C-1 10.5	"
比較例1	"	0	DMAMQ5.3	"
比較例2	"	B-1 10.5	0	"
実施例15	"	0	C-1 10.5	"
実施例7	"	B-1 10.5	C-1 5.3	A-1
実施例8	"	B-2 12.6	C-2 6.3	A-2
実施例9	"	B-3 9.6	C-3 6.3	"
実施例10	HS	B-4 10.5	C-3 6.5	"
実施例11	"	B-3 10.5	C-4 6.5	"
実施例12	RY	B-2 10.5	C-2 5.3	"
実施例13	RTS	B-1 10.5	C-1 5.3	A-3
実施例14	"	B-1 10.5	C-1 5.3	147

## 【0101】

【表2】表1(つづき)

調整直後		50℃、30日		印字性
粒径 nm	粘度 mPa·s	粒径 nm	粘度 mPa·s	
136	3.28	135	2.92	○
137	3.19	134	2.88	○
128	3.26	128	2.88	○
138	3.32	144	3.16	○
136	3.36	141	3.04	○
142	3.38	138	3.00	○
141	3.10	515	5.13	×
136	3.40	286	3.96	×
137	3.24	224	3.87	△
124	3.05	137	3.12	○
140	3.24	139	2.90	○
138	3.21	135	2.98	○
137	3.18	144	3.03	○
132	3.11	134	3.06	○
126	3.22	122	2.87	○
123	3.17	125	2.99	○
136	3.54	243	3.85	△

10

20

## 【0102】

<注> 顔料誘導体 Q S A : キナクリドンスルホン酸系化合物  
 P M Q : フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物  
 D M A M Q : ジメチルアミノメチル化キナクリドン  
 樹脂 147 : エマルゲン 147  
 印字性 ○ : 50枚以上印字可能  
 △ : 10枚以上50枚未満でかすれ等が発生  
 × : 10枚未満でかすれ等が発生

【0103】尚、ジメチルアミノメチル化-2, 9-ジメチルキナクリドン(DMAMQ)105部(表中の含有率換算: 10.5%)を用いたこと以外は比較例1と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得たが、この分散体は、調製直後と50℃×30日の、粒径・粘度の各特性及び印字性は、どれも、この比較例1の結果と実質的に同じだった。

【0104】<実施例17>(サーマル方式インクジェットプリンタ用記録液の適性評価)  
 特開平6-122846公報記載の実施例2を参考にしてサーマル方式インクジェットプリンタ用インクを調整した。インク組成を以下に示す。

## 【0105】

水性顔料分散体	25部
グリセリン	8部
エチレングリコール	5部
エタノール	5部
エマルゲン120(花王(株)製)	0.05部

水 57部

【0106】このようにして調製したインクについて、調整直後および50℃の恒温槽中で30日間貯蔵後に平均粒径と粘度を測定した。平均粒径はレーザードップラ式粒度分析計マイクロトラック(U P A 150型、リーズ&ノースロップ社製)で測定したメディアン径をもって平均粒径とした。粘度はR型粘度計(R-500型、東機産業(株)製)を用い、20℃で測定した。また、サーマル方式のインクジェットプリンタ(B J C-600J型、キヤノン(株)製)にて100枚の連続印字を行い、印字性能を評価した。結果を表2に示す。

## 【0107】

## 【表3】表2

40

50

顔料 分散体	顔料	QSA %	PMQ %	樹脂
実施例 1	RTS	B-1 10.5	C-1 5.3	A-2
実施例 2	"	B-1 10.5	C-1 5.3	"
実施例 3	"	B-1 5.3	C-1 10.5	"
実施例 4	"	B-1 5.3	C-1 5.3	"
実施例 5	"	B-1 7.8	C-1 7.8	"
実施例 6	"	B-1 10.5	C-1 10.5	"
比較例 1	"	0	DMAMQ5.3	"
比較例 2	"	B-1 10.5	0	"
実施例 15	"	0	C-1 10.5	"
実施例 7	"	B-1 10.5	C-1 5.3	A-1
実施例 8	"	B-2 12.6	C-2 6.3	A-2
実施例 9	"	B-3 9.6	C-3 5.3	"
実施例 10	HS	B-4 10.5	C-3 6.5	"
実施例 11	"	B-3 10.5	C-4 6.5	"
実施例 12	RY	B-2 10.5	C-2 5.3	"
実施例 13	RTS	B-1 10.5	C-1 5.3	A-3
実施例 14	"	B-1 10.5	C-1 5.3	147

10

20

調整直後		50℃、30日		印字性
粒径 nm	粘度 mPa·s	粒径 nm	粘度 mPa·s	
134	2.92	131	3.18	○
133	2.94	136	3.06	○
124	2.90	127	2.94	○
136	3.06	134	3.04	○
131	2.96	135	2.94	○
139	2.88	137	2.91	○
138	2.96	325	3.98	×
127	2.92	243	3.66	×
133	2.98	204	3.45	△
123	2.94	128	3.16	○
136	3.01	136	3.08	○
137	3.00	133	3.04	○
132	2.89	138	2.87	○
135	2.88	137	2.90	○
123	2.97	125	2.95	○
125	2.78	129	2.81	○
132	2.94	143	3.12	○

## 【0108】

【表4】表2(つづき)

<注> 顔料誘導体 Q S A : キナクリドンスルホン酸系化合物  
 PMQ : フタルイミドメチル化キナクリドン系化合物  
 DMAMQ : ジメチルアミノメチル化キナクリドン  
 印字性 ○ : 50枚以上印字可能  
 △ : 10枚以上50枚未満でかすれ等が発生  
 × : 10枚未満でかすれ等が発生

【0110】尚、ジメチルアミノメチル化-2, 9-ジメチルキナクリドン(DMAMQ)105部(表中の含有率換算: 10.5%)を用いたこと以外は比較例1と同様にしてマゼンタ色水性顔料分散体を得たが、この分散体は、調製直後と50℃×30日後の、粒径・粘度の各特性及び印字性は、どれも、この比較例1の結果と実質的に同じだった。

【0111】上記実施例によれば、本発明の記録液は、従来の、キナクリドン顔料とジメチルアミノメチル化キナクリドン系化合物からなる水性顔料分散体を用いた記録液に比べて、より高温での長期間放置後における粒径の増大や高粘度化が起こりにくくことがわかる。しかもキナクリドン顔料とフタルイミドメチル化キナクリドン系化合物とキナクリドンスルホン酸系化合物からなる水性顔料分散体を用いた本発明の記録液は、前二者のみか

## 【0109】

らなる同水性分散体を用いた本発明の記録液よりも、さらに、高温での長期間放置後における粒径の増大や高粘度化が起こりにくく、印字性も向上することがわかる。

【0112】また、ピエゾ方式の記録液組成では、サーマル方式の液組成の場合と比べて、分散剤を従来の界面活性剤からアニオン性基含有有機高分子化合物に置換した場合の、より高温での長期間放置後における粘度低減化と印字性向上が、より顕著であることがわかる。

## 【0113】

【発明の効果】本発明の赤色ないしマゼンタ色の水性顔料分散体は分散性および分散安定性に優れており、インクジェットプリンタ用インク等の記録液に使用した場合に貯蔵安定性や演色性、透明性に優れた記録液を与え、鮮明な画像を形成することができる。

フロントページの続き

F ターム(参考) 4J037 AA30 CC15 CC16 CC17 CC29  
CC30 DD04 DD24 EE03 EE28  
EE43 FF06 FF09 FF15  
4J039 AD08 AD11 AD12 AD14 BC50  
BE01 CA06 EA15 EA35 EA38  
EA44 GA24 GA26